



**HAL**  
open science

# Apports de l'imagerie qualitative infrarouge pour la caractérisation thermomécanique et le dimensionnement en fatigue de composites tissés 3D

Libor Navrátil

► **To cite this version:**

Libor Navrátil. Apports de l'imagerie qualitative infrarouge pour la caractérisation thermomécanique et le dimensionnement en fatigue de composites tissés 3D. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. ENSTA Bretagne - École nationale supérieure de techniques avancées Bretagne, 2021. Français. NNT : 2021ENTA0007 . tel-03648848

**HAL Id: tel-03648848**

**<https://theses.hal.science/tel-03648848>**

Submitted on 22 Apr 2022

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

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

# THÈSE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE  
DE TECHNIQUES AVANCÉES BRETAGNE

ÉCOLE DOCTORALE N° 602

*Sciences pour l'Ingénieur*

Spécialité : *Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces*

Par

**Libor NAVRÁTIL**

**Apports de l'imagerie qualitative infrarouge pour la caractérisation thermomécanique et le dimensionnement en fatigue de composites tissés 3D**

Thèse présentée et soutenue à Brest, le 22 juillet

Unité de recherche : Institut de Recherche Dupuy de Lôme

## Rapporteurs :

Laurence BODELOT

Maître de Conférences (HDR), École Polytechnique

Pedro DE CASTRO CAMANHO

Professeur, PhD (DIC), Université de Porto

## Composition du Jury :

Président :

Christophe BOUVET

Professeur des Universités, Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace

Examineurs :

Zoheir ABOURA

Professeur des Universités, UTC - Laboratoire Roberval

Christian HOCHARD

Professeur des Universités, Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique

Dir. de thèse :

Yann MARCO

Professeur des Universités, IRDL/ENSTA Bretagne

Co-dir. de thèse :

Vincent LE SAUX

Professeur de l'ENSTA Bretagne (HDR), IRDL/ENSTA Bretagne

## Invité :

Sylvain LECLERCQ Expert Composites, Safran Landing Systems



*À mes parents / mým rodičům,  
à Lucie*



# Remerciements

Je tiens d'abord à remercier les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux. Je remercie Christophe Bouvet d'avoir présidé mon jury, Laurence Bodelot et Pedro Camanho pour avoir accepté de rapporter ce manuscrit ainsi que Zoheir Aboura et Christian Hochard pour leurs rôles d'examineurs.

Je souhaite évidemment remercier l'équipe d'encadrement que sont Yann Marco, Vincent Le Saux et Nicolas Carrere. Merci de m'avoir introduit au monde de la science et de m'avoir accompagné au cours de ces trois années. J'ai sincèrement apprécié tous nos échanges car vos remarques sont toujours pertinentes et elles m'ont permis d'avancer malgré les difficultés rencontrées.

Un grand merci à Sylvain Leclecrq qui m'a, avec Yann, accordé sa confiance pour gérer cette étude et qui a supervisé ces travaux au sein de Safran Landing Systems. Merci également à Quentin Roirand et Sylvain Treutenaere pour leur support qui m'a permis de rendre les résultats présentés dans ce manuscrit plus exhaustifs.

Je voudrais également remercier l'équipe de l'UTC qui m'a aidé dans la réalisation des essais instrumentés par émission acoustique. Leurs compétences dans ce domaine ont été un atout précieux dans cette étude.

Je remercie également l'ensemble de mes collègues du laboratoire pour toutes les pauses café, pour les moments passés ensemble et pour cette ambiance de travail conviviale et motivante.

Enfin, c'est bien évidemment à ma famille et à mes proches que vont mes plus grands remerciements. Merci pour votre soutien, votre patience et vos encouragements qui m'ont aidé et qui, je sais, continueront à m'aider quand j'en aurai besoin.

# Table des matières

<b>Notations</b>	<b>ix</b>
<b>1 Introduction</b>	<b>1</b>
1.1 Introduction générale . . . . .	1
1.2 Contexte industriel . . . . .	2
1.3 Verrous scientifiques . . . . .	3
1.4 Organisation du manuscrit . . . . .	4
<b>2 Matériau, éprouvettes, méthodes</b>	<b>7</b>
2.1 Bibliographie . . . . .	8
2.2 Techniques expérimentales utilisées . . . . .	11
2.3 Matériau d'étude, éprouvettes . . . . .	22
2.4 Caractérisation des paramètres thermiques équivalents . . . . .	26
2.5 Bilan . . . . .	42
<b>3 Caractérisation thermomécanique</b>	<b>43</b>
3.1 Introduction . . . . .	44
3.2 Analyse des champs de température . . . . .	45
3.3 Analyse des courbes d'auto-échauffement . . . . .	67
3.4 Analyse des cartographies . . . . .	87
3.5 Scénario d'endommagement et de dissipation des essais d'auto-échauffement	109
3.6 Bilan . . . . .	110
<b>4 Compréhension des phénomènes dissipatifs via dialogue essais/calculs</b>	<b>113</b>
4.1 Introduction . . . . .	114
4.2 Loi de comportement des phases . . . . .	117
4.3 Simulations numériques . . . . .	129
4.4 Corrélations essai/calculs . . . . .	137
4.5 Bilan . . . . .	146
4.6 Perspectives . . . . .	147
<b>5 Vers la caractérisation rapide en fatigue</b>	<b>149</b>
5.1 Bibliographie . . . . .	150
5.2 Caractérisation expérimentale en fatigue . . . . .	155
5.3 Protocole de caractérisation rapide classique . . . . .	168
5.4 Identification d'un critère « ingénieur » à partir d'une approche mixte . . .	173

5.5 Bilan . . . . .	177
<b>6 Conclusions et perspectives</b>	<b>179</b>
<b>A Identification des temps caractéristiques</b>	<b>189</b>
<b>B Alimentation des analyses de la signature thermique en utilisant le tenseur de conductivité équivalent</b>	<b>191</b>
B.1 Mise en place du modèle numérique et définition de la longueur caractéristique . . . . .	191
B.2 Validation expérimentale . . . . .	193
B.3 Bilan et discussions . . . . .	196
<b>C Évaluation de la valeur du seuil pour la technique de détection à seuil</b>	<b>197</b>
<b>D Application du protocole d'auto-échauffement à l'ensemble des confi-</b>	<b>201</b>
D.1 Éprouvettes 8C . . . . .	201
D.2 Éprouvettes 4C . . . . .	208
<b>Bibliographie</b>	<b>213</b>



## Table des figures

1.1	Équilibre de l'avion en vol. . . . .	2
1.2	Représentation schématique du motif de tissage d'un composite tissé. Image	3
1.3	Logigramme du manuscrit de thèse. . . . .	5
2.1	La structure des types de préforme textile, image inspirée de [8]. . . . .	9
2.2	Illustration des observations de surface <i>in-situ</i> . . . . .	15
2.3	Illustration du principe de la micro-tomographie X. Image inspirée de [43]. . .	16
2.4	Illustration du principe de nanoindentation. Image inspirée de [50]. . . . .	19
2.5	Illustration de la géométrie d'un indenteur de type berkovitch. Image inspirée	20
2.6	Surface d'un échantillon obtenu après le polissage en vue de la réalisation des	21
2.7	Illustration du principe d'un calorimètre différentiel à balayage à flux de chaleur	22
2.8	Dimensions de la zone utile des éprouvettes utilisée. . . . .	23
2.9	Résultats de mesures de chaleur spécifique tracés en fonction de la température.	26
2.10	Schématisation du modèle éléments finis utilisé pour l'identification du coeffi-	28
2.11	Identification du coefficient d'échange par convection sur une éprouvette sens	29
2.12	Validation du coefficient d'échange par convection effectuée sur une éprouvette	29
2.13	Dispositif expérimental mise en place pour l'identification du tenseur de con-	31
2.14	Position de l'éprouvette en fonction de la composante du tenseur de conducti-	31
2.15	Profils de température de la zone d'étude pour des temps t=20s et t=30s (éprou-	32
2.16	Schématisation des conditions aux limites appliquées au modèle numérique	33
2.17	Schématisation des surfaces observées lors de l'identification de la composante	34
2.18	Identification des composantes $\bar{\lambda}_{Ch}$ et $\bar{\lambda}_{Tr}$ du tenseur de conductivité sur une	35
2.19	Identification de la composante $\bar{\lambda}_e$ du tenseur de conductivité effectuée sur la	36
2.20	Identification des composantes $\bar{\lambda}_{Ch}$ et $\bar{\lambda}_{Tr}$ du tenseur de conductivité sur une	37
2.21	Identification de la composante $\bar{\lambda}_e$ du tenseur de conductivité effectuée sur la	38
2.22	Schématisation des conditions aux limites appliquées au modèle numérique.	40
2.23	Représentation de l'erreur relative entre les champs de température expéri-	41
2.24	Représentation de l'erreur relative entre les champs de température expéri-	41
3.1	Illustration de la méthode de compensation de mouvements adoptée pour les	47
3.2	Illustration des résultats obtenus au cours d'un essai d'auto-échauffement effe-	47
3.3	Illustration de l'effet de compensation du mouvement sur l'éprouvette 888-	49
3.4	Dispositif expérimental combinant la thermographie infrarouge avec la corré-	50
3.5	Comparaison entre la déformation longitudinale calculée à partir du suivi des	50
3.6	Résolution spatiale de l'équation de la chaleur. Image inspirée de [91]. . . . .	52
3.7	Exemple d'identification de la valeur de couplage thermoélastique et d'énergie	55

3.8	Exemple de cartographies obtenues avec une technique de compensation de	56
3.9	Exemple de cartographies obtenues sans technique de compensation de mou-	56
3.10	Illustration de la variation de température obtenue pour l'éprouvette 888-3D208	58
3.11	Exemple de cartographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-	59
3.12	Illustration d'un événement thermique observé sur la face de l'éprouvette 888-	61
3.13	Résultats macroscopiques obtenus sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-	62
3.14	Illustration de l'étape 1 : (a) paliers utilisés pour la détection, (b) cartographie	63
3.15	Illustration de l'étape 2 : (a) cartographie de couplage thermoélastique obtenue	63
3.16	Illustration de résultats obtenus avec la technique de détection à seuil sur la	64
3.17	Illustration de résultats obtenus avec la technique de détection de couplage	65
3.18	Endommagements détectés sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05	66
3.19	Endommagements détectés sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05	66
3.20	Illustration des protocoles mécaniques. . . . .	68
3.21	Exemple d'une courbe d'auto-échauffement obtenue sur l'éprouvette 888-3D208	69
3.22	Exemple d'une courbe de couplage thermoélastique obtenue sur l'éprouvette	70
3.23	Illustration de la vérification des hypothèses liées au protocole d'auto-échauffe-	73
3.24	Résultats obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04	74
3.25	Résultats obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-03	76
3.26	Courbes d'auto-échauffement progressive obtenue sur la tranche de l'éprou-	77
3.27	Courbes de couplage thermoélastique progressive obtenue sur la tranche de	77
3.28	Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique avec	79
3.29	Exemple de suivis de la variation de la température moyenne obtenus au cours	79
3.30	Dispositif expérimental multi-instrumenté. . . . .	81
3.31	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	83
3.32	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement inversé effectué sur la	84
3.33	Exemple de cartographies de couplage thermoélastique obtenues sur la tranche	87
3.34	Exemple de cartographies d'énergie dissipée obtenues sur la tranche de l'ép-	88
3.35	Exemple de cartographies d'événements thermiques détectés sur la tranche de	88
3.36	Exemple de micrographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208	89
3.37	Illustration de cartographies d'énergie dissipée obtenues sur la tranche de	91
3.38	Illustration de cartographies d'amplitudes à $2 \times f$ obtenues sur la tranche de	91
3.39	Illustration de la cartographie d'amplitudes à $2 \times f$ obtenues sur la tranche de	92
3.40	Illustration de micrographies de la surface correspondante à une zone de loca-	93
3.41	Illustration de micrographies de la surface correspondante à une zone de loca-	94
3.42	Illustration d'un événement thermique détecté durant la première séquence	95
3.43	Résultats associés à la deuxième séquence de chargement réalisée pendant	96
3.44	Résultats associés à la troisième séquence de chargement réalisée pendant	97
3.45	Amplitude de contrainte appliquée pour les observations mésoscopiques vis-à-vis	98
3.46	Illustration du protocole mécanique appliqué pour les observations mésosco-	98
3.47	Résultats des observations macroscopiques effectuées sur la face de l'éprouvette	99
3.48	Résultats des observations mésoscopique effectuées sur la face de l'éprouvette	100
3.49	Résultats des observations macroscopiques effectuées sur la tranche de l'éprou-	101
3.50	Illustration d'une cartographie de couplage thermoélastique obtenue sur la tra-	102
3.51	Résultats des observations mésoscopique effectuées sur la tranche de l'éprou-	103

3.52	Courbe d'auto-échauffement obtenue sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-	104
3.53	Cartographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-	105
3.54	Observations surfaciques de la zone de localisation identifiée sur la cartographie	105
3.55	Observations ciblées de la zone présentant une forte intensité des amplitudes	106
3.56	Évolution de la température du pixel d'intérêt localisé dans la zone endommagée.	106
3.57	Schématisation du scénario de dissipation des essais d'auto-échauffement. . .	110
4.1	Schématisation de la démarche adoptée pour la mise en place des simulations	116
4.2	Comparaison des résultats de nanoindentation obtenus sur des éprouvettes de	119
4.3	Essai anhystérétique en fluage effectué sur une éprouvette de résine pure. . .	121
4.4	Les évolutions des modules de conservation et de perte obtenues lors d'un essai	121
4.5	(a) résultat des essais d'auto-échauffement effectués sur des éprouvette de rés-	122
4.6	Résultat de l'identification sur un essai ANH. . . . .	124
4.7	Validation des paramètres identifiés : (a) confrontation de l'énergie dissipée	125
4.8	Valeurs des modules de cisaillement homogénéisés en fonction du temps de	128
4.9	Illustration du maillage voxelisé reconstruit à partir de la géométrie de l'ép-	130
4.10	Exemple d'évolution de l'énergie dissipée d'un élément de la résine en super-	133
4.11	Exemple d'évolution de l'énergie dissipée moyenne par cycle d'un élément de la	133
4.12	Exemple d'évolution de l'énergie dissipée moyenne par cycle obtenue au cours	133
4.13	Schématisation de l'instant choisi pour l'investigation de la distribution de la	134
4.14	Histogramme de la contrainte équivalente de Von Mises évaluée pour tous les	134
4.15	Évolution de l'indicateur $I_{<0.6\text{MPa}/\text{MPa}}$ pour différentes valeurs de contraintes	135
4.16	Histogramme de la pression hydrostatique évaluée pour tous les éléments de	136
4.17	Histogramme de la triaxialité des contraintes évaluée pour tous les éléments	136
4.18	Schématisation du protocole mécanique appliqué à l'éprouvette 888-3D208-9-B1	137
4.19	Comparaison de la courbe contrainte/déformation obtenue sur l'éprouvette	138
4.20	Comparaison des courbes de couplage thermoélastiques expérimentales et	139
4.21	Comparaison des courbes d'énergie dissipée expérimentales et numériques	140
4.22	Comparaison des champs de couplage thermoélastique expérimentaux et num-	141
4.23	Comparaison des champs de couplage thermoélastique expérimentaux et num-	142
4.24	Comparaison des champs de expérimentaux et numériques obtenus sur la	143
4.25	Cartographies de température obtenues sur l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01	144
4.26	Schématisation du scénario de dissipation du régime I. . . . .	146
5.1	Illustration de l'évolution de la rigidité au cours d'un essais de fatigue. . . . .	151
5.2	Illustration de l'évolution des endommagements au cours de la durée de vie	152
5.3	Illustration de la courbe de Wöhler des composites à fibres continues. . . . .	154
5.4	Évolution du module sécant durant un essai de fatigue effectué sur l'éprouvette	156
5.5	Évolution de la déformation résiduelle durant un essai de fatigue effectué sur	156
5.6	Évolution des courbes contrainte/déformation obtenues à différents instants	157
5.7	Micrographie de la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-BSN03-TE90-01 solli-	159
5.8	Schématisation du protocole d'un essai de fatigue interrompu. . . . .	160
5.9	Comparaison de l'énergie dissipée moyenne par cycle évaluée à partir des suivis	161
5.10	Comparaison des évolutions d'énergie dissipée moyenne par cycle évaluée à	161

5.11	Schématisation des différents protocoles mécaniques utilisés pour les essais	162
5.12	Résultats de fatigue obtenus pour les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport	163
5.13	Schématisation de la surcharge appliquée durant certains des essais de fatigue	164
5.14	Résultats de fatigue, obtenus pour les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport	164
5.15	Énergie dissipée moyenne par cycle tracée en parallèle avec la moyenne des	165
5.16	Identification des couples $(\Delta^*, N_R)$ utilisés pour l'identification des paramètres	170
5.17	Comparaison entre les prédictions du critère énergétique et les données expé-	171
5.18	Comparaison entre les prédictions du critère énergétique et les données expé-	171
5.19	Résultats de l'identification des critères de type Sendeckyj et Sendeckyj modi-	175
5.20	Comparaison entre les prédictions du critère de type Sendeckyj et Sendeckyj	176
6.1	Logigramme du manuscrit de thèse. . . . .	180
6.2	Schématisation des principaux éléments d'intérêt de la caractérisation thermo-	181
6.3	Schématisation des principaux éléments d'intérêt du dialogue essai/calculs. .	183
6.4	Schématisation du scénario de dissipation des essais d'auto-échauffement en	184
A.1	Exemple d'identification du temps caractéristique durant la période de recou-	189
B.1	Schématisation du modèle éléments finis utilisé pour l'étude de la propagation	192
B.2	Évolution de la température moyenne obtenues sur : (a) la tranche opposée,	193
B.3	Dispositif expérimental de l'essai instrumenté avec deux caméras infrarouges.	194
B.4	Comparaison des différence de températures moyennes obtenues sur les faces	195
B.5	Les évolutions des différence de températures moyennes obtenues sur les faces	195
C.1	Exemple de la sensibilité des résultats de détection sur la valeur du seuil. . .	198
C.2	Illustration de l'essai de fluage. . . . .	198
C.3	Illustration de la période de refroidissement qui suit la création d'un événe-	199
C.4	Schématisation du profil ainsi que du pixel d'intérêt. . . . .	199
C.5	Illustration d'évolutions de la température durant la période de refroidisse-	200
D.1	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	202
D.2	Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-07 rompue en traction-traction	203
D.3	Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-02 rompue en traction-com-	203
D.4	Courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche des éprouvettes 8C sens	204
D.5	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	205
D.6	Courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche des éprouvettes 8C sens	206
D.7	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	207
D.8	Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE0-05 rompue en traction-traction	208
D.9	Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE0-03 rompue en traction-compre-	208
D.10	Courbes d'auto-échauffement obtenues des éprouvettes 4C sens chaîne sollici-	209
D.11	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	210
D.12	Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche	212

# Notations

*Dans un souci de confidentialité des données, tous les résultats en contrainte, déformation, module, énergie dissipée et couplage thermoélastique ont été adimensionnés par  $\sigma_0$ ,  $\varepsilon_0$ ,  $E_0$ ,  $\Delta_0^*$ ,  $C_{e,0}$ , des constantes choisies arbitrairement. Ces valeurs sont gardées constantes tout au long du manuscrit afin de pouvoir comparer les différents graphiques.*

## Nomenclature des éprouvettes

*{numéro de la plaque} - {orientation de prélèvement} - {numéro de l'éprouvette}*

Par exemple, la première éprouvette découpé à 90° (direction trame) dans la plaque 888-3D208-9-ASN03 sera appelée : 888-3D208-9-ASN03-TE90-01. Il convient également de préciser que le dernier chiffre du deuxième bloc (3D208 dans le cas cité) dénote le nombre de couches. Il en ressort que la plaque 888-3D208-9-ASN03 comprend 8 couches.

## Formats

$u$	scalaire
$\vec{u}$	vecteur de composantes $u_i$
$\underline{u}$	tenseur d'ordre 2 de composantes $u_{ij}$
$\underline{\underline{U}}$	tenseur d'ordre 4 de composantes $U_{ijkl}$
$\bar{u}$	valeur nominale ou effective de $u$

## Opérateurs

$u \rightarrow \dot{u} = \frac{du}{dt}$	dérivée temporelle
$u \rightarrow \frac{\partial u}{\partial a}$	dérivée partielle de $u$ par rapport à $a$
$u \rightarrow \text{grad}(u)$	opérateur gradient

$\underline{u} \rightarrow \text{div}(\underline{\vec{u}})$	opérateur divergence
$u \rightarrow \Delta u$	opérateur laplacien
$(\underline{u}, \underline{v}) \rightarrow \underline{u} \cdot \underline{v}$	produit simplement contracté
$(\underline{\underline{u}}, \underline{\underline{v}}) \rightarrow \underline{\underline{u}} : \underline{\underline{v}}$	produit doublement contracté
$\underline{u} \rightarrow \text{tr}(\underline{u})$	trace du tenseur $\underline{u}$
$u \rightarrow \langle u \rangle$	opérateur moyenne

## Grandeurs physico-chimiques

$\rho$	masse volumique
$c_p$	chaleur spécifique
$\alpha_t$	coefficient de dilatation thermique

## Grandeurs thermiques

$\underline{\lambda}$	tenseur de conductivité thermique
$\alpha$	coefficient d'échange par convection
$\tau_{eq}$	temps caractéristique du problème thermique étudié

## Grandeurs liées à l'auto-échauffement

$T$	température
$\theta$	différence de température
$S_t$	terme source
$\vec{q}$	flux de chaleur
$\mathcal{D}$	dissipation intrinsèque
$\Delta$	énergie dissipée
$\Delta^*$	énergie dissipée moyenne par cycle
$C_e$	amplitude de couplage thermoélastique

$r$	source volumique de nature autre que mécanique
$\Psi$	potentiel de Helmholtz
$V_k$	variable interne

## Grandeurs de description du comportement mécanique

$\underline{\sigma}$	tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\varepsilon}$	tenseur des déformations
$\underline{\underline{E}}$	tenseur de rigidité
$\underline{\varepsilon}^e$	tenseur des déformations élastiques
$\underline{\varepsilon}_k^v$	tenseur des variables internes viscoélastiques
$\tau_k$	temps caractéristique
$E$	module de Young
$G$	module de cisaillement
$\nu$	coefficient de Poisson
$\sigma_{eq}$	contrainte équivalente de Von Mises

## Grandeurs liées à la fatigue

$\sigma_A$	amplitude de contrainte
$\sigma_{max}$	contrainte maximale
$\sigma_{min}$	contrainte minimale
$\varepsilon_r$	déformation résiduelle
$R$	rapport de charge
$N_R$	nombre de cycles à rupture
$f$	fréquence de sollicitation



# Introduction

## Sommaire

---

1.1	Introduction générale . . . . .	1
1.2	Contexte industriel . . . . .	2
1.3	Verrous scientifiques . . . . .	3
1.4	Organisation du manuscrit . . . . .	4

---

*Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans le cadre d'une convention CIFRE (n°2017/1456) entre :*

- *la société Safran Landing Systems, Groupe Safran ;*
- *l'institut de Recherche Dupuy de Lôme (iRDL UMR CNRS 6027), sur le site de l'ENSTA Bretagne,*

*en collaboration avec Safran Composites, qui est fortement remercié pour la fabrication des éprouvettes utilisées durant cette étude.*

## 1.1 Introduction générale

Dans l'industrie aéronautique, les coûts du carburant constituent des charges opérationnelles non négligeables. De ce fait, ils représentent un moteur de l'innovation technologique dans ce secteur puisqu'une réduction de consommation mène à des économies importantes qui peuvent conduire à un avantage compétitif majeur. Ces dernières décennies, des motivations écologiques s'ajoutent à ces arguments économiques car la diminution de la consommation de carburant entraîne une réduction des émissions de gaz à effet de serre qui sont reconnus comme responsables du réchauffement climatique.

Un moyen efficace de diminuer la consommation de carburant est de réduire la masse des aéronefs puisqu'une masse plus faible nécessite également une portance et une poussée plus faible (cf. figure 1.1). La réduction du poids peut se faire par l'optimisation de la conception des structures, par l'utilisation des matériaux offrant un meilleur compromis entre la masse et les performances ou par une combinaison de ces deux voies.

Dans cette logique, les constructeurs et les équipementiers aéronautiques accordent de plus en plus d'attention aux matériaux composites qui remplacent des solutions métalliques afin d'alléger les structures des avions.

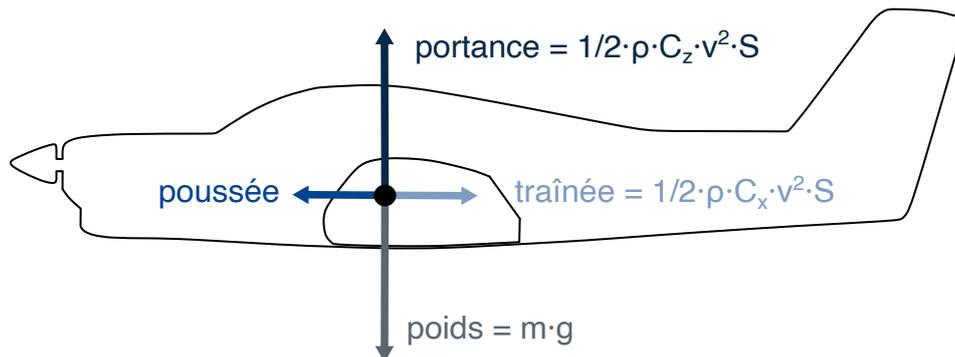


FIGURE 1.1 – Équilibre de l'avion en vol.

## 1.2 Contexte industriel

Parmi les différentes familles de matériaux composites, les stratifiés unidirectionnels restent les matériaux composites les plus utilisés. Ces matériaux sont obtenus par empilement de plis. En faisant varier les angles et les séquences d'empilement, il est possible d'obtenir une large gamme de propriétés mécaniques. Cependant, l'inconvénient majeur de ce type de matériau réside dans la tenue des interfaces. Une décohésion entre deux plis, observée notamment suite à un impact, se révèle critique et provoque rapidement la ruine du matériau.

Afin de pallier ce problème de délaminage, depuis quelques années, l'attention se tourne vers des composites tissés (cf. figure 1.2). Ce type de matériaux comporte des renforts dans la direction de l'épaisseur, ce qui permet de limiter le délaminage et d'offrir ainsi une meilleure tenue à l'impact. C'est dans ce contexte que s'inscrit cette étude qui porte sur un matériau composite tissé générique développé par le groupe Safran à vocation académique. Il convient de préciser que le motif de tissage de ce matériau est notablement différent de la version utilisée industriellement.

Du fait du large éventail d'applications adressées au sein du groupe, les pièces sont développées en prenant en compte de nombreux critères. La tenue en fatigue est une exigence du cahier des charges pour certaines pièces, pour d'autres, il s'agit du critère de dimensionnement principal. De ce fait, il est primordial d'appréhender le comportement du matériau étudié en fatigue sous sollicitations représentatives des conditions de service.

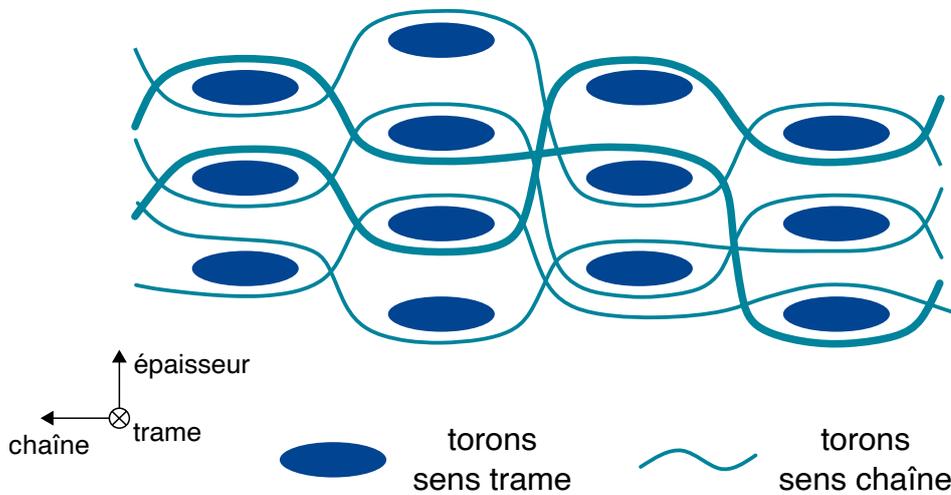


FIGURE 1.2 – Représentation schématique du motif de tissage d'un composite tissé. Image inspirée de [1].

Étant donné que les coûts associés aux essais de fatigue peuvent devenir très importants, notamment du fait des durées d'essais et du nombre d'éprouvettes à tester, la diminution du temps nécessaire pour la caractérisation en fatigue représente un enjeu important.

## 1.3 Verrous scientifiques

Afin d'atteindre cet objectif, il a été choisi de se servir d'informations supplémentaires en utilisant les approches basées sur l'analyse de l'auto-échauffement sous sollicitations cycliques. Le protocole d'auto-échauffement a montré son efficacité pour la caractérisation rapide des propriétés en fatigue. Celui-ci consiste à mesurer et interpréter les élévations de températures générées sous chargements cycliques. Cependant, la caractérisation réalisée à partir de ce protocole pour le type de matériau étudié ici, souffre de plusieurs limites. Afin de surmonter ces dernières, il est nécessaire de répondre à deux problématiques scientifiques principales, abordées dans les travaux de cette thèse :

- La première est la compréhension de la relation entre la signature thermomécanique et les mécanismes dissipatifs ;
- La seconde est la définition d'un modèle d'analyse de la courbe d'auto-échauffement et d'un critère de dimensionnement en fatigue utilisable industriellement.

### **Analyse de la relation entre la signature thermomécanique et les mécanismes dissipatifs**

L'objectif est de développer une meilleure compréhension des mécanismes dissipatifs activés sous chargements cycliques. Ce développement passe, dans un premier temps, par la description et la compréhension des mécanismes d'endommagement en se focalisant

notamment sur les premiers stades qui se produisent pour des chargements faibles (associés à des grandes durées de vie).

Un deuxième impératif est de pouvoir décrire les phénomènes dissipatifs à l'échelle du motif de tissage. Cette caractérisation est cruciale pour permettre d'identifier les contributions des différents mécanismes dissipatifs, allant de la visco-élasticité et la viscoplasticité, à la création de surfaces, etc. Ces caractérisations expérimentales peuvent ensuite alimenter les comparaisons à des simulations par éléments finis à cette échelle, qui permettraient d'évaluer les influences de différents mécanismes dissipatifs sur le bilan énergétique global.

### **Analyse de la courbe d'auto-échauffement et proposition d'un critère de fatigue**

Pour les matériaux métalliques, il existe une compréhension forte des liens entre les mécanismes physiques et l'auto-échauffement. Ce lien permet de proposer des modèles basés d'une part sur le comportement du matériau et d'autre part sur la description des mécanismes physiques liés à l'auto-échauffement permettant de prévoir à partir de quelques essais cycliques et de quelques essais de fatigue à faible nombre de cycles, une courbe de Wöhler et la dispersion associée.

Néanmoins, l'utilisation de l'approche décrite ci-dessus reste difficile particulièrement en raison de la présence de nombreux mécanismes dissipatifs qui complexifient la modélisation. Dans ce contexte, ce deuxième volet doit s'appuyer sur les avancements effectués dans la première partie de cette étude. Dans un premier temps, il est nécessaire de décrire la transition de la réponse énergétique à l'échelle du motif de tissage vers l'échelle de l'éprouvette. Ensuite, il faut relier cette caractérisation thermomécanique à la durée de vie en fatigue. Cette relation peut se faire naturellement via un critère énergétique, démarche couramment rencontrée pour les approches par auto-échauffement, ou en utilisant d'autres critères plus classiques pour les matériaux composites.

## **1.4 Organisation du manuscrit**

Ce manuscrit est divisé en cinq chapitres. Après le premier chapitre d'introduction suit le *Chapitre 2*, qui présente, au travers d'une revue bibliographique, la famille des composites tissés dont le matériau d'étude fait partie. L'accent est mis notamment sur les spécificités de comportement et les mécanismes d'endommagement afin de justifier le choix des moyens expérimentaux utilisés pour la caractérisation. Par la suite, on décrit les éprouvettes utilisées durant cette étude. Le chapitre se termine par la caractérisation des paramètres thermiques équivalents qui se montrent utiles pour l'interprétation des essais présentés dans le Chapitre 3.

Le *Chapitre 3* est axé sur la description des mécanismes dissipatifs à l'échelle de l'éprouvette ainsi qu'à l'échelle du motif de tissage. Différentes techniques sont introduites avec l'objectif d'identifier les mécanismes dissipatifs activés sous chargements cycliques et de quantifier leurs contributions sur l'énergie dissipée globale. Le chapitre se termine par la description des scénarios d'endommagement et de dissipation liés au protocole mécanique utilisé.

## 1.4. Organisation du manuscrit

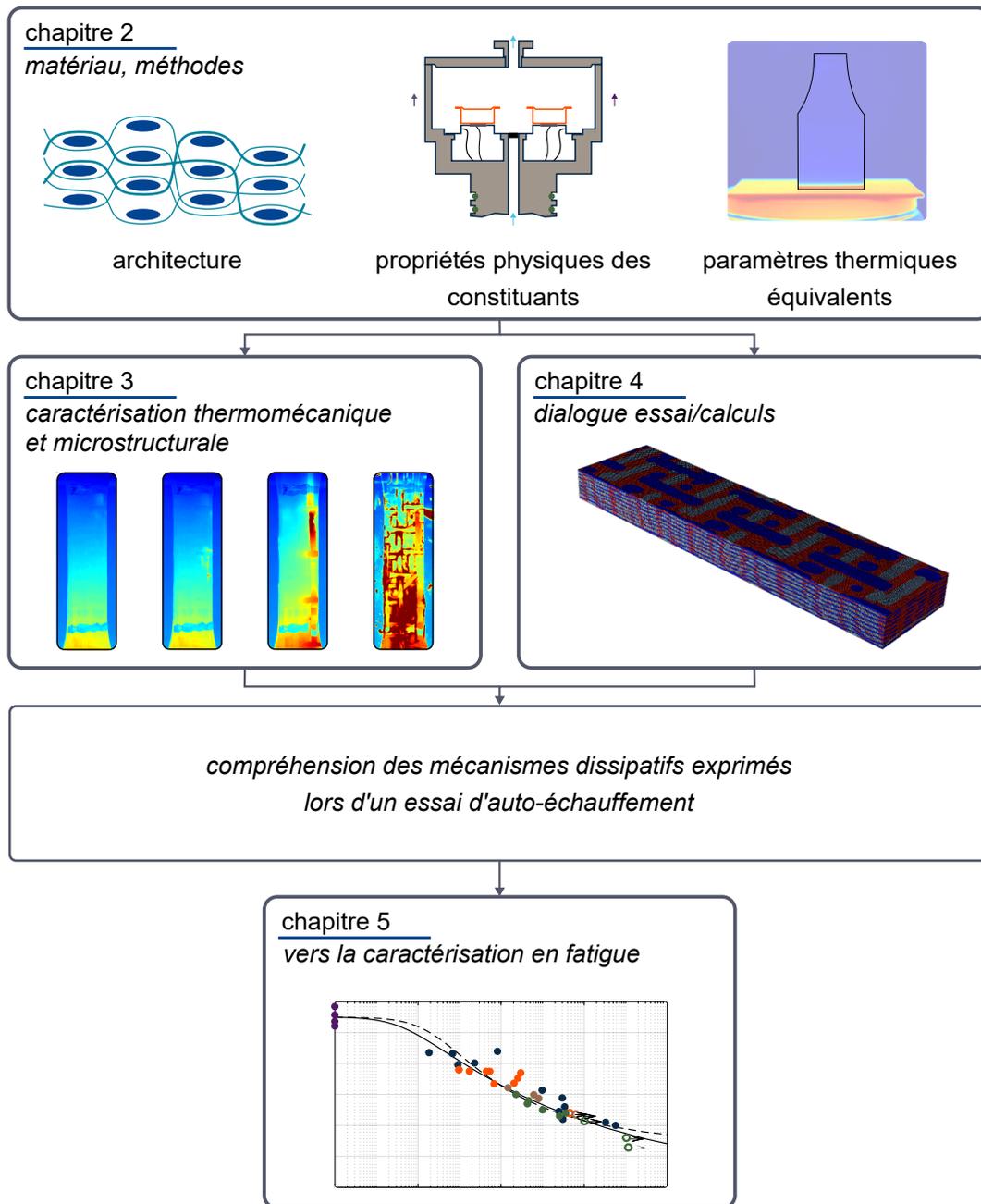


FIGURE 1.3 – Logigramme du manuscrit de thèse.

Le *Chapitre 4* cherche à améliorer la compréhension des mécanismes dissipatifs au travers d'un dialogue essai/calculs. La mise en place de ce dernier nécessite l'identification des lois de comportement des constituants. La description de celles-ci est ensuite suivie par la présentation du modèle numérique ainsi que des post-traitements associés. Enfin, les comparaisons des résultats expérimentaux et numériques permettent de mettre l'accent notamment sur la qualification et la quantification des mécanismes activés

sous chargements relativement faibles, raffinant ainsi la description du scénario de dissipation élaboré dans le chapitre précédent.

Le *Chapitre 5* vise à proposer une démarche de caractérisation rapide des propriétés en fatigue en s'appuyant sur les avancements réalisés dans la caractérisation thermomécanique et présentés dans les chapitres précédents. Après la présentation des analyses d'essais de fatigue, on introduit le protocole de caractérisation rapide classique dont les prédictions sont confrontées aux résultats expérimentaux. Le chapitre se termine par la proposition d'une nouvelle approche ayant pour objectif d'identifier un critère « ingénieur » à partir des essais de traction et d'auto-échauffement.

# Matériau, éprouvettes, méthodes

## Sommaire

---

2.1	Bibliographie . . . . .	8
2.1.1	Matériaux composites . . . . .	8
2.1.2	Comportement des composites tissés . . . . .	10
2.1.3	Caractérisation expérimentale des composites tissés . . . . .	11
2.2	Techniques expérimentales utilisées . . . . .	11
2.2.1	Caractérisation mécanique . . . . .	12
2.2.2	Émission acoustique . . . . .	13
2.2.3	Microscopie optique . . . . .	14
2.2.4	Micro-tomographie X . . . . .	15
2.2.5	Thermographie infrarouge . . . . .	16
2.2.6	Nanoindentation . . . . .	18
2.2.7	Calorimétrie différentielle à balayage . . . . .	21
2.3	Matériau d'étude, éprouvettes . . . . .	22
2.3.1	Caractéristiques générales . . . . .	22
2.3.2	Description de la microstructure . . . . .	23
2.3.3	Analyse des propriétés physiques . . . . .	23
2.4	Caractérisation des paramètres thermiques équivalents . . . . .	26
2.4.1	Coefficient d'échange par convection . . . . .	27
2.4.2	Identification du tenseur de conduction équivalent . . . . .	30
2.5	Bilan . . . . .	42

---

*Ce chapitre a pour objectif de présenter le matériau d'étude ainsi que les méthodes expérimentales utilisées pour sa caractérisation.*

*Il débute par une section bibliographique qui introduit très succinctement les matériaux composites en mettant l'accent sur les composites tissés dont le matériau d'étude fait partie. Une brève description du comportement permet de mettre en évidence les particularités liées à cette famille de matériaux. La connaissance de ces particularités*

*justifiera le choix des techniques expérimentales et, en partie, aussi la stratégie adoptée pour la modélisation.*

*La deuxième section fait le bilan des techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation du matériau d'étude.*

*La troisième section décrit le matériau d'étude, présente les constituants, la géométrie des éprouvettes et détaille la microstructure complexe de cette famille de matériau. L'évaluation de propriétés physiques des constituants permettra d'alimenter les analyses thermomécaniques présentées dans les chapitres suivants.*

*Enfin, la quatrième section vise à caractériser les paramètres thermiques à l'échelle d'une éprouvette. Ces paramètres seront nécessaires pour la résolution du problème thermique qui est au cœur de l'interprétation des observations thermiques obtenues à partir du protocole d'auto-échauffement présenté dans le chapitre 3.*

## **2.1 Bibliographie**

### **2.1.1 Matériaux composites**

#### **2.1.1.1 Généralités sur les matériaux composites**

Un matériau composite est un matériau constitué d'au moins deux composants dont les qualités se complètent. Comme cette définition générale comprend une grande variété de matériaux allant des composites naturels (le bois, les os) jusqu'aux bétons armés, le terme composite se restreint souvent, dans le domaine de la science des matériaux, aux matériaux constitués d'un renfort et d'une matrice. Cette architecture permet d'obtenir des propriétés du matériau final améliorées par rapport à celles des composants [2-4].

Suivant la nature de la matrice, on distingue les composites à matrice métallique ou céramique (utilisés pour des applications à haute température) et les composites à matrice organique (utilisés, en général, pour des applications à moyenne température). Parmi les composites à matrice organique, il est possible de distinguer les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques. Bien que les résines thermodurcissables soient les plus utilisées, les résines thermoplastiques possèdent l'avantage d'être potentiellement recyclables. On peut également définir un autre classement selon la nature du renfort : particules, fibres courtes, fibres continues [4].

Les composites à préforme textile qui sont fabriqués avec l'aide d'une machine à tisser font partie des composites renforcés par des fibres continues. Ces fibres sont généralement rassemblées en mèche et ces mèches sont assemblées suivant un réseau qui représente le renforcement. Plusieurs échelles peuvent être considérées. L'échelle microscopique est la plus petite échelle d'étude et correspond à l'échelle de la fibre (ordre de quelques microns). À l'échelle qualifiée de mésoscopique, il est possible de distinguer les torons qui sont constitués de plusieurs milliers de fibres. L'échelle macroscopique correspond finalement à l'échelle de la préforme (si on parle de la fabrication) ou à l'échelle de l'éprouvette voire de la structure si on s'intéresse plutôt à la modélisation [4-7]. La figure 2.1 présente de façon schématique le classement des types de composites textiles.

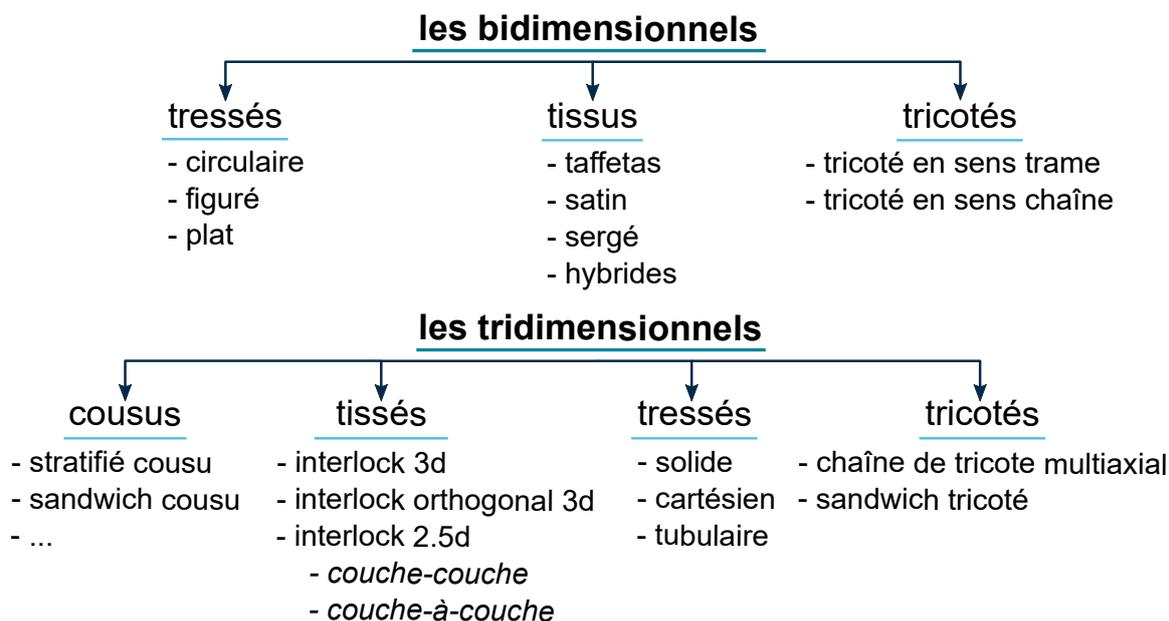


FIGURE 2.1 – La structure des types de préforme textile, image inspirée de [8].

Il existe deux types de préformes textiles : bidimensionnelles (2D) et tridimensionnelles (3D). Dans les préformes bidimensionnelles, les fils de chaîne ne lient qu'une couche de torons trame. Dans les préformes tridimensionnelles, les fils de liage peuvent lier plusieurs couches de trame. Parmi ces deux familles, la classification distingue encore les composites cousus, les composites tressés, les composites tissés et les composites tricotés[7, 8]. Puisque les travaux de cette étude se focalisent sur les composites tissés, la section suivante sera consacrée à ce type d'architecture.

### 2.1.1.2 Matériaux composites tissés

Comme tous les composites textiles, les composites tissés peuvent être de nature bidimensionnelle (tissu) ou tridimensionnelle. L'armure du tissu est le résultat de l'entrecroisement des fils dans le sens chaîne et des fils dans le sens trame où la chaîne représente l'ensemble des fils parallèles au sens d'avancement du tissu en cours de fabrication et la trame représente l'ensemble des fils insérés perpendiculairement au sens chaîne [3, 9].

Les tissés 3D (ainsi que les tissés 2.5D) possèdent, par rapport aux tissés 2D, des fils de liage sur plusieurs épaisseur. Ces derniers sont introduits généralement pour améliorer les propriétés hors-plan. Le nom de cette catégorie fait référence à la structure de tissage : « Interlock ». Il existe plusieurs types de tissage interlock : le tissage angle interlock, le tissage orthogonal interlock, le tissage couche-couche, le tissage couche-à-couche [4, 7, 8]. La désignation utilisée généralement fait référence au nombre de types de renforts. Il est donc possible de distinguer les tissés 3D qui constituent trois types de renforts et les tissés 2.5D qui n'en comprennent que deux dont un ondule dans

l'épaisseur.

### **Tissage angle interlock 3D**

Les renforts dans le sens chaîne et dans le sens trame sont accompagnés par des renforts qui traversent l'épaisseur de surface en surface et qui ondulent à travers toutes les couches d'empilement de torons dans le sens trame.

### **Le tissage orthogonal interlock 3D**

Deux mèches sont orientées dans le sens chaîne et dans le sens trame du tissage, la troisième mèche est orientée verticalement passant perpendiculairement au plan des mèches chaîne et trame pour renforcer la direction de l'épaisseur.

### **Tissage couche-couche 2.5D**

Les torons de liage sens chaîne ondulent dans l'épaisseur en traversant successivement au moins deux couches d'empilement de mèches sens trame.

### **Tissage couche-à-couche 2.5D**

Les torons de liage sens chaîne ne traversent que deux couches successives de mèches sens trame [8].

Les composites tissés permettent d'obtenir, grâce à leur architecture, des préformes à la géométrie complexe [10]. Cela réduit les opérations d'assemblage qui ont, en général, un impact négatif sur la tenue mécanique de la structure finale. La tenue mécanique des composites tissés offre de nombreux avantages par rapport aux composites unidirectionnels même si l'ondulation des torons dégrade, dans une certaine mesure, leur rigidité ainsi que leur résistance [11]. Les composites tissés présentent, généralement, une meilleure tenue aux sollicitations hors-plan. L'introduction d'un renfort qui relie les plis en ondulant dans l'épaisseur, limite le délaminage [12-14], ce qui améliore la tolérance aux impacts [15]. Enfin, on peut également noter une meilleure tolérance aux défauts [16] ou encore des capacités dissipatives considérables [17].

## **2.1.2 Comportement des composites tissés**

D'une manière générale, le comportement d'un matériau composite dépend de son architecture et de la nature de ses constituants. L'architecture particulière des matériaux composites tissés rend leur comportement complexe. En se basant sur les observations réalisées lors des essais de traction et de compression, le comportement est souvent considéré comme viscoélastique endommageable [18]. La partie viscoélastique est principalement due au comportement visqueux de la matrice. De ce fait, cette partie ne s'exprime que pour de faibles niveaux de contrainte si le matériau est sollicité dans l'axe de renfort [18]. En outre, la viscosité constitue une source de non-linéarité du comportement lors des sollicitations hors-axes [4, 19]. L'apparition des endommagements se fait d'une manière progressive. Les principaux types d'endommagement identifiés pour cette classe de matériaux sont : l'endommagement diffus de la matrice, des ruptures d'interfaces, des ruptures matricielles au sein des torons et enfin des ruptures des torons dans la direction de sollicitation qui ont un effet catastrophique sur la tenue de la structure [3, 18, 19].

### 2.1.3 Caractérisation expérimentale des composites tissés

Cette section fait le bilan des techniques expérimentales généralement utilisées pour instrumenter les essais effectués sur les matériaux composites tissés. La mesure des déformations, indispensable à la caractérisation mécanique, est classiquement effectuée par corrélation d'images et/ou par extensométrie. La corrélation d'images permet de caractériser les champs de déformation en surface de l'éprouvette. Ces champs de déformation possèdent l'avantage de pouvoir être corrélés avec la microstructure du matériau et peuvent également révéler des sites d'endommagement [3, 19]. L'extensométrie renseigne sur une déformation longitudinale moyennée sur la zone d'analyse. Bien que cette technique ne donne pas accès à la déformation locale, elle montre son utilité lors des essais longs car elle permet d'obtenir l'évolution des caractéristiques macroscopiques (module de rigidité, aire d'hystérésis, etc.) tout en limitant la taille des données nécessaires à stocker [3].

La détection des endommagements repose sur les techniques de contrôle non destructif parmi lesquelles l'émission acoustique est la méthode privilégiée pour les composites à matrice organique [3, 18-20]. Cette technique permet d'effectuer un suivi continu des événements qui se produisent dans le volume durant l'essai. La deuxième technique de contrôle non destructif couramment utilisée pour les matériaux composites, en particulier en aéronautique, est le contrôle par ultrasons [21, 22]. L'analyse des endommagements peut être complétée par des techniques optiques. Alors que des observations *in-situ* peuvent être réalisées à l'aide d'un vidéomicroscope [3, 20], la microscopie optique classique et la microscopie électronique à balayage sont plutôt réservées aux observations *post-mortem* [3, 8, 18, 23]. La micro-tomographie à rayons X représente un autre outil qui permet de mettre en évidence les endommagements dans l'ensemble du volume du matériau. Cette technique peut être utilisée de manière *in-situ* [24] ou *post-mortem* [3, 18, 25, 26]. Une modification de cette technique, tomographie aux rayons X synchrotron, peut être utilisée pour les composites constitués de carbone/époxy afin d'améliorer le contraste obtenu [27].

Les mesures de température représentent un autre moyen expérimental largement utilisé parce qu'elles permettent d'obtenir des informations sur les effets thermiques associés aux processus de déformation. Ces mesures sont, en général, réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge car celle-ci permet d'accéder aux champs de température en surface, ce qui s'avère particulièrement intéressant dans le cas des matériaux hétérogènes comme des composites tissés [28-31].

## 2.2 Techniques expérimentales utilisées

Les techniques expérimentales adoptées doivent être choisies judicieusement en fonction des objectifs afin de permettre l'extraction des informations pertinentes. Dans ce contexte, l'objectif principal à considérer consiste en la description de la relation entre la signature thermomécanique et les mécanismes dissipatifs. Comme le décrit la section 2.1.2, le comportement des composites tissés s'avère complexe. Il est alors raisonnable de s'attendre à la présence de plusieurs mécanismes dissipatifs (viscoélasticité, endommagements, etc.). La caractérisation mécanique couplée avec la thermographie infrarouge,

un dispositif utilisé classiquement [32, 33], a de nombreuses fois été complétée par la microscopie optique. Cette dernière a pour objectif la détection et le suivi des endommagements en surface de l'éprouvette. Cependant, il a été montré que les phénomènes d'endommagement en traction statique [8, 19] ainsi qu'en fatigue [3] génèrent des endommagements diffus dans toute l'épaisseur. De ce fait, il n'est pas possible de se servir uniquement des résultats obtenus à partir des observations surfaciques mais il faut s'appuyer aussi sur des techniques permettant des observations de nature volumique. Dans cette logique, une campagne expérimentale instrumentée simultanément avec une caméra infrarouge et l'émission acoustique a été réalisée. Afin d'obtenir des informations complémentaires sur la géométrie des endommagements, certaines éprouvettes ont été observées par tomographie aux rayons X. Finalement, certaines propriétés physiques, nécessaires à la caractérisation thermomécanique, ont été étudiées par les techniques de nanoindentation et calorimétrie différentielle à balayage.

## 2.2.1 Caractérisation mécanique

Cette section cite les machines d'essais et les moyens d'acquisition utilisés pour la génération de bases de données mécaniques.

### 2.2.1.1 Machines d'essais

Le choix de la machine d'essais dépend de plusieurs critères qui sont à considérer : la capacité d'effort, le type d'asservissement, la fréquence de sollicitation et la disponibilité au sein du laboratoire. L'ensemble des machines employées durant cette étude est détaillé ci-dessous.

#### **Machine de traction hydraulique INSTRON 1342**

Cette machine hydraulique de traction/compression permet de réaliser des essais quasi statiques ainsi que des essais cycliques. Elle est dotée d'une cellule d'effort de 100 kN et de mors hydrauliques. La fréquence de sollicitation peut varier de 2 Hz jusqu'à 5 Hz pour le type d'éprouvettes utilisées.

#### **Machine de traction hydraulique INSTRON 1343**

Cette machine a été utilisée lors d'une campagne expérimentale réalisée au sein du laboratoire Roberval. Il s'agit d'une machine hydraulique de traction/compression avec une capacité de 250 kN, équipée de mors hydrauliques.

#### **Machine de traction/torsion hydraulique MTS 319.25**

Cette machine hydraulique d'une capacité de 250 kN peut être employée pour des sollicitations de traction/compression ou torsion. Elle permet d'effectuer des essais quasi statiques ou cycliques d'une fréquence allant de 2 Hz jusqu'à 10 Hz pour le type d'éprouvettes utilisées.

#### **Machine de traction hydraulique MTS 312.31**

Cette machine hydraulique d'une capacité de 50 kN peut être utilisée pour des chargements cycliques ou monotones en traction/compression. La plage de fréquences applicable au type d'éprouvettes utilisées varie de 2 Hz jusqu'à 5 Hz.

### **Machine de traction électrodynamique BOSE 3330**

Cette machine électrodynamique est équipée d'un moteur linéaire électromagnétique et de mors mécaniques. Elle peut être utilisée pour des sollicitations de traction/compression ou torsion et offre une capacité de 3.2 kN et de 3.2 N·m.

### **Machine de traction/torsion électrodynamique MTS Acumen**

Cette machine électrodynamique d'une capacité de 12 kN peut être utilisée pour des sollicitations de traction/compression. Elle est dotée de mors pneumatiques.

#### **2.2.1.2 Moyens d'acquisition**

##### **Extensomètre à couteaux**

Un extensomètre à couteaux avec une rallonge a été utilisé avec la machine INSTRON 1343 durant la campagne expérimentale réalisée au sein du laboratoire Roberval (figure 3.30). L'utilisation de la rallonge qui étend la base de mesure à 50 mm s'avère nécessaire pour obtenir une mesure de déformation valide vis-à-vis la taille du motif de tissage [3, 19]

##### **Corrélation d'images numériques**

Les champs de déplacements obtenus par corrélation d'images sont calculés à partir de l'analyse de deux ou plusieurs images numériques prises à des instants différents : une image, dite de référence, les autres correspondant aux états déformés. L'objectif est de suivre les motifs caractérisés par leurs histogrammes de niveaux de gris. Afin d'assurer une texture adaptée pour ce suivi, il est nécessaire d'appliquer un mouchetis de peinture sur la surface observée.

La prise d'images est, dans le cadre de cette étude, habituellement effectuée par une caméra CCD du système GOM ARAMIS-4M. La résolution de la caméra est de 1728x2352 pixels. Ce système possède également deux lampes qui assurent un éclairage homogène de la surface observée. La fréquence d'acquisition utilisée est de 25 Hz. Hormis ce système GOM, une caméra QImaging Retiga 6000 a été utilisée pour la prise d'images lors de l'essai présenté dans la section 3.2.1.3. Celle-ci est équipée d'un capteur d'une diagonale de 16 mm. La résolution maximale est de 6.05 million de pixels, le pitch est de 4.54  $\mu\text{m}$ . La fréquence d'acquisition est, pour cette caméra, limitée à 2 Hz. Enfin, le post-traitement des images prises est effectué avec le logiciel DICe [34]

#### **2.2.2 Émission acoustique**

La technique d'émission acoustique est généralement utilisée pour l'investigation des mécanismes d'endommagement du matériau ou comme une méthode de contrôle non destructif. L'émission acoustique est définie comme « un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à une sollicitation » [35]. Ces ondes se propagent dans le matériau afin d'atteindre la surface de l'éprouvette étudiée. Les vibrations de surface sont, ensuite, détectées par un capteur piézo-électrique, amplifiées et représentées sous forme d'un signal d'émission acoustique.

L'émission acoustique peut être de type discrète, autrement appelée « par salves ». Une salve ressemble à une sinusoïde amortie. Ce type de signal est généralement

observé dans le cas des matériaux composites. Un signal considéré comme continu est provoqué par une augmentation importante de la fréquence des salves qui entraîne une augmentation du bruit de fond du signal. Cependant ce type de signal n'est généralement pas constaté avec les composites. Un tel signal pourrait être observé par exemple durant la déformation plastique dans les matériaux métalliques [36].

D'une manière générale, l'émission acoustique est générée par des mécanismes physiques irréversibles [36]. Lorsque l'investigation porte sur des composites fibreux, les mécanismes sources recherchés par cette technique se limitent généralement à la fissuration matricielle, la rupture d'interfaces, les ruptures de fibres et le délaminage [37-40].

### 2.2.2.1 Dispositif expérimental

Les essais instrumentés par émission acoustique ont été réalisés en collaboration avec l'Université de Technologie de Compiègne, au sein du laboratoire Roberval. Le dispositif expérimental adopté ainsi que le post-traitement des données enregistrées (cf. section 3.3.4.2) se basent sur les travaux réalisés sur les composites tissés par Henry et Schneider [3, 19]. La détection des événements acoustiques est assurée par deux capteurs Micro-80 (de Physical Acoustics Corporation) avec une pré-amplification de 40 dB. Les capteurs sont reliés à l'éprouvette par une colle siliconnée et placés en dehors de la zone observée avec une distance de 80 mm entre leurs centres (schématiquement illustré sur la figure 3.30). Le bon couplage est vérifié avant chaque essai par des ruptures de mines.

L'utilisation simultanée de deux capteurs permet de localiser les signaux acoustiques sur l'éprouvette. Afin de s'affranchir des signaux venant de la zone de serrage (ou éventuellement des mors, de la machine, etc.), seulement les signaux localisés entre les deux capteurs sont considérés. En outre, en connaissant la vitesse de propagation des ondes dans le matériau, il est possible de faire une localisation unidirectionnelle des événements détectés. Cependant, cette localisation est plutôt informative et ne donne qu'une information globale sur la répartition des signaux [3]. Un deuxième filtrage est effectué au niveau des amplitudes où seulement les événements ayant une amplitude supérieure à 50 dB sont considérés pour les post-traitements suivants. L'hypothèse sous-jacente assume que les phénomènes associés aux amplitudes inférieures à ce seuil ne participent que très faiblement à la dégradation du matériaux et peuvent, de ce fait, être négligés [3].

### 2.2.3 Microscopie optique

La microscopie optique est une technique d'observation de surface. À l'aide de la lumière visible, un microscope fournit une image agrandie de l'objet dont le facteur d'agrandissement dépend de l'optique utilisée. Ceci permet d'effectuer des observations visuelles non accessibles à l'œil nu. La gamme des grossissements des microscopes optiques permet des observations allant de l'échelle millimétrique jusqu'à l'échelle du micromètre [41].

Dans cette étude, la microscopie optique a été utilisée dans le cadre d'observations *in-situ* (le dispositif expérimental est présenté sur la figure 2.2). Ces dernières permettent

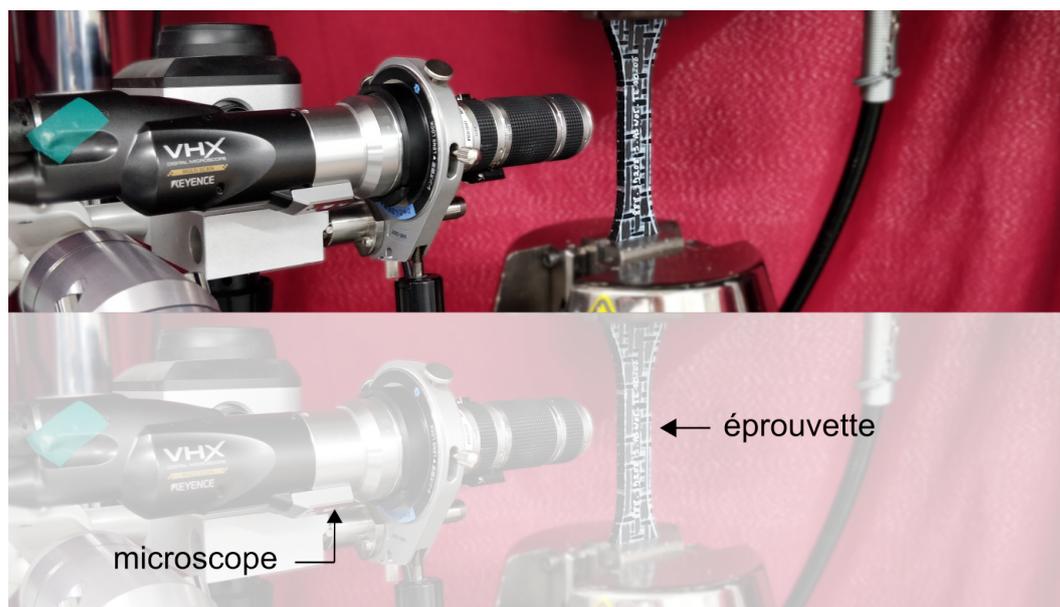


FIGURE 2.2 – Illustration des observations de surface *in-situ*.

de caractériser les endommagements en surface de l'éprouvette. En balayant toute la zone utile, il est possible d'obtenir une « photographie » de la dégradation globale. Le microscope utilisé est un microscope numérique Keyence VHX-5000. La gamme de grandissements utilisée va de 20x jusqu'à 50x.

### 2.2.4 Micro-tomographie X

La micro-tomographie est une technique qui permet une reconstruction du volume du matériau. Le principe repose sur l'analyse de l'interaction des faisceaux de rayons X avec la matière. Les données obtenues lors de la prise de mesure sont collectées à différents angles entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$ . Une image numérique en trois dimensions et en niveau de gris peut être ensuite reconstruite mathématiquement. Le niveau de gris est initialement donné par l'atténuation du faisceau incident par la matière, cependant, après calibration et étalonnage, il est possible de le traduire en échelle de densité [42].

La tomographie à rayons X permet alors de mettre en évidence les différences de compositions ainsi que de localiser les hétérogénéités, singularités, vides ou inclusions présents dans le matériau et de caractériser leurs géométries. Étant donné que cette technique permet d'accéder aux informations au cœur de la matière, elle représente une complémentarité précieuse aux observations surfaciques.

Les micro-tomographies analysées dans le cadre de cette étude ont été réalisées par Safran Composites. Le tomographe utilisé est de type micro-foyer qui émet un faisceau divergent polychromatique. Le détecteur est de type plan, composé d'une matrice régulière de cellules photosensibles et comporte 2048x2048 pixels. La résolution spatiale obtenue dans cette configuration et pour les échantillons traités est de l'ordre de  $30\ \mu\text{m}$ . Le contraste obtenu permet la distinction des fissures, des torons et de la résine.

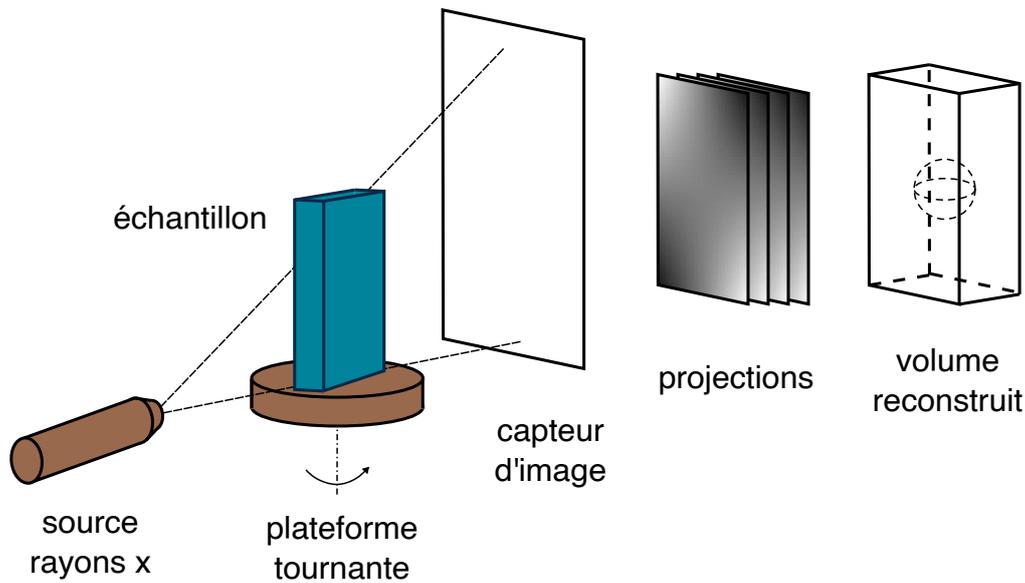


FIGURE 2.3 – Illustration du principe de la micro-tomographie X. Image inspirée de [43].

## 2.2.5 Thermographie infrarouge

La technique d'évaluation de champs de température, adoptée dans cette étude, est la thermographie infrarouge. La thermographie infrarouge permet de mesurer les champs de flux rayonné dans une bande spectrale donnée. Tous les corps ayant une température supérieure à 0 K émettent un rayonnement électromagnétique. Ce rayonnement, communément appelé rayonnement thermique, couvre la gamme de longueurs d'onde de 0.1  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ . Les caméras infrarouges donnent accès à ce rayonnement qui peut être, dans certaines conditions, relié à la température.

### 2.2.5.1 Principe de mesure

Afin de pouvoir décrire le principe de la conversion entre le rayonnement émis par un objet et sa température, il convient d'introduire la notion de corps noir. Celui-ci est caractérisé par trois propriétés :

1. Il absorbe la totalité du rayonnement incident indépendamment de sa direction et de la longueur d'onde ;
2. Pour une température et une longueur d'onde données, aucune surface ne peut émettre autant que le corps noir ;
3. Le rayonnement émis par le corps noir dépend de la longueur d'onde mais pas de la direction d'émission.

La loi de Planck donne la relation entre la répartition de l'énergie électromagnétique rayonnée par un corps noir et sa température  $T$  en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  :

$$L = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp(\frac{hc}{\lambda kT}) - 1} \quad (2.1)$$

## 2.2. Techniques expérimentales utilisées

où  $L$  est la luminance monochromatique,  $h = 6.62614 \times 10^{-34}$  J·s est la constante de Planck,  $c$  la vitesse du rayonnement dans le milieu considéré et  $k = 1.38066 \times 10^{-23}$  J·K<sup>-1</sup> est la constante de Boltzmann.

La densité surfacique de flux d'énergie émise par un rayonnement sur la totalité du spectre électromagnétique est appelée l'exittance  $M$ . En utilisant l'équation 2.1, il est possible d'exprimer l'exittance  $M$  en fonction de la température  $T$  avec la loi de Stefan-Boltzmann :

$$M = \pi \int_0^{\infty} L d\lambda = \sigma T^4 \quad (2.2)$$

où

$$\sigma = \frac{2\pi^5 k^4}{15h^3 c^2} = 5.67051 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2/\text{K}^2 \quad (2.3)$$

est la constante de Stefan-Boltzmann. Cette relation permet alors d'évaluer la température d'un corps noir à partir des mesures de son rayonnement. Cependant, il convient de noter qu'un capteur infrarouge est sensible uniquement dans une certaine gamme du spectre électromagnétique,  $\Delta\lambda = [\lambda_a, \lambda_b]$ . Dans ce cas, en s'appuyant sur la loi de Planck et sur la loi de déplacement de Wien, il est possible de calculer la température pour une bande spectrale donnée selon les relations suivantes :

$$M_{\Delta\lambda} = \sigma T^4 [z(x_b) - z(x_a)] \quad \text{avec} \quad z(x) = \frac{\int_0^x y dx}{\int_0^{\infty} y dx} \quad \text{et} \quad y = \frac{ax^{-5}}{\exp(\frac{b}{x}) - 1} \quad (2.4)$$

avec  $x = \lambda/\lambda_m$  où  $\lambda_m$  est défini comme la longueur d'onde où la loi de Planck passe par un maximum pour une température  $T$  donnée,  $a = 2\pi hc^2$  et  $b = hc/(\lambda_m kT)$ .

Maintenant que la relation entre le flux thermique et la température est introduite, il est nécessaire d'identifier le flux thermique émis de l'objet étudié. D'après la loi du rayonnement de Kirchhoff, à l'équilibre thermique, il est possible d'écrire la relation suivante :

$$\epsilon + \rho + \tau = 1 \quad (2.5)$$

où  $\epsilon$  est l'émissivité,  $\rho$  est la réflexion et  $\tau$  est la transmission du corps  $\mathcal{C}$ . Ensuite, le flux thermique total  $\phi_{total}$  peut s'écrire en fonction du rayonnement du corps noir comme :

$$\phi_{total} = \epsilon \phi_{\mathcal{C}}^{CN}(T_{\mathcal{C}}) + \rho \phi_{amb}^{CN}(T_{amb}) + \tau \phi_{fond}^{CN}(T_{fond}) \quad (2.6)$$

avec  $\phi_{\mathcal{C}}^{CN}$  le flux thermique du corps assimilé à un corps noir,  $\phi_{amb}^{CN}$  le flux thermique de l'air ambiant assimilé à un corps noir et  $\phi_{fond}^{CN}$  le flux thermique du fond assimilé à un corps noir. Si le corps observé  $\mathcal{C}$  peut être considéré comme opaque, le bilan radiométrique s'écrit sous la forme suivante :

$$\phi_{\mathcal{C}}^{CN}(T_{\mathcal{C}}) = \frac{1}{\epsilon} \left( \phi_{total} - (1 - \epsilon) \phi_{amb}^{CN}(T_{amb}) \right) \quad (2.7)$$

Ainsi, afin de pouvoir calculer la température, il est nécessaire de connaître la température ambiante  $T_{amb}$  et l'émissivité de l'objet observé  $\epsilon$ .

### 2.2.5.2 Caractéristiques matériels

La caméra infrarouge utilisée lors de cette étude est une caméra InfraTec ImageIR 10300 dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau 2.1. Elle dispose d'une matrice de 1920x1536 détecteurs (*Focal Plane Array, FPA*) composés en Antimoniure d'Indium (InSb). Les détecteurs sont sensibles dans une bande spectrale (3.6 – 4.9)  $\mu\text{m}$ . Le pitch est de 10  $\mu\text{m}$ . Les détecteurs sont refroidis avec un moteur Stirling. La fréquence d'acquisition est fixée à 50 Hz durant toute l'étude. Par ailleurs, deux types d'observations seront présentées : observations macroscopiques et mésoscopiques.

*Observations macroscopiques.* Les observations sont réalisées avec un objectif 50 mm muni d'une bague d'extension de 6 mm. La taille du pixel sur l'image est égale à environ 46  $\mu\text{m}$ . Avec la calibration constructeur utilisée pour ce type de mesure, la résolution thermique (*Noise Equivalent Temperature Difference, NETD*) est de l'ordre de 30 mK à une température de 25 °C. Le temps d'intégration est égal à 2200  $\mu\text{s}$ .

*Observations mésoscopiques.* Ces observations sont effectuées avec un objectif Mx1. La taille de la matrice de détecteurs est réduite à 480x384 (sous fenêtrage). La taille du pixel sur l'image est égale à 10  $\mu\text{m}$ . Le temps d'intégration est de 1800  $\mu\text{s}$ . La calibration utilisée est de type pixel-à-pixel compensée en température en s'appuyant sur une règle de conversion en température de type Planck [44]. Ce type de calibration améliore la résolution thermique (NETD) qui est, dans ce cas, de l'ordre de 8 mK à une température de 25 °C.

Caractéristique	Caméra IR 10300	Objectif 50 mm	Objectif Mx1
détecteur	InSb		
bande spectrale	(3.6 – 4.9) $\mu\text{m}$		
unité de refroidissement	stirling		
pitch	10 $\mu\text{m}$		
temps d'intégration	(1.6 – 20000) $\mu\text{s}$		
fréquence d'acquisition <sup>1</sup>	113 Hz		
FPA	1920x1536		
taille de fenêtre maximale		1920x1536	480x384
taille du pixel sur l'image		46 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$

TABLE 2.1 – Caractéristiques de la caméra infrarouge Infratec IR 10300.

### 2.2.6 Nanoindentation

La nanoindentation instrumentée est une technique de caractérisation locale des propriétés mécaniques des matériaux. Elle bénéficie notamment de sa simplicité de mise en œuvre et de son caractère non-destructif. Elle est, depuis longtemps, utilisée pour caractériser les propriétés élastiques [45, 46], viscoélastiques [47, 48] ou plastiques [49]. Le principe de la technique repose sur les essais d'indentation classique où un

1. fréquence maximale disponible en pleine fenêtre

indent est enfoncé dans le matériau étudié. La profondeur de pénétration  $d$  ainsi que l'effort appliqué  $F$  sont mesurés en continu afin d'être représentés sous la forme d'une courbe force-déplacement, dite courbe d'indentation. La figure 2.4 schématise le protocole classique qui consiste à appliquer un cycle charge-décharge. La courbe d'indentation ne comprend, dans ce cas, que deux parties distinctes : une courbe de charge qui correspond à l'enfoncement de l'indent et une courbe de décharge qui correspond au retrait de l'indent.

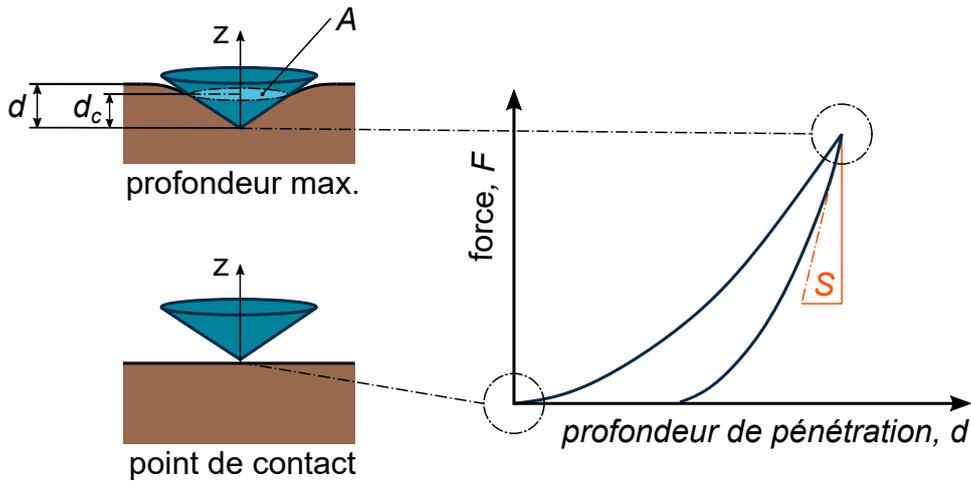


FIGURE 2.4 – Illustration du principe de nanoindentation. Image inspirée de [50].

Le déplacement total mesuré correspond à la somme du déplacement de l'échantillon  $\mathcal{E}$  et de celui de l'indent  $\mathcal{S}$ . De ce fait, il convient de définir un module réduit  $E_r$  qui comprend l'élasticité de l'indent  $\mathcal{S}$  et celle du matériau testé  $\mathcal{M}$ . Ce module réduit s'exprime par la relation suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_{\mathcal{M}}^2}{E_{\mathcal{M}}} + \frac{1 - \nu_{\mathcal{S}}^2}{E_{\mathcal{S}}} \quad (2.8)$$

où  $E_{\mathcal{S}}$  et  $\nu_{\mathcal{S}}$  sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'indent et  $E_{\mathcal{M}}$  et  $\nu_{\mathcal{M}}$  sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau testé. En utilisant des méthodes spécifiques, comme celle d'Oliver et Pharr [51], il est possible de calculer la dureté  $H$  ou le module réduit  $E_r$  sans nécessité de contrôle visuel de l'empreinte résiduelle en s'appuyant sur les relations suivantes :

$$H = \frac{F_{\max}}{A} \quad (2.9)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \times \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (2.10)$$

où  $F_{\max}$  est la charge maximale,  $S$  est la raideur calculée à la charge maximale (figure 2.4) et  $A$  correspond à l'aire de contact. Cette dernière est en général exprimé en fonction de la profondeur de contact  $d_c$  entre l'indent et l'échantillon  $A = A(d_c)$  et, de ce fait, nécessite la description de la géométrie de la pointe d'indent. Enfin, il est à noter qu'il existe plusieurs types d'indents qui sont utilisés habituellement et qui possèdent des géométries différentes.

Dans cette étude, un tribo-indenteur Hysitron TI980 a été utilisé. C'est un système d'indentation de dernière génération versatile comportant une tête de nanoindentation, une tête de nanoscratch et une tête de microindentation. La tête de nanoindentation dispose également d'un mode DMA (*Dynamic Mechanical Analysis*) permettant le calcul de modules de conservation/perte et d'un mode d'imagerie de type AFM (*Atomic Force Microscopie*) permettant la mesure des empreintes résiduelles. Les tests ont été réalisés à l'aide d'un indent de type Berkovitch dont la géométrie est montrée sur la figure 2.5.

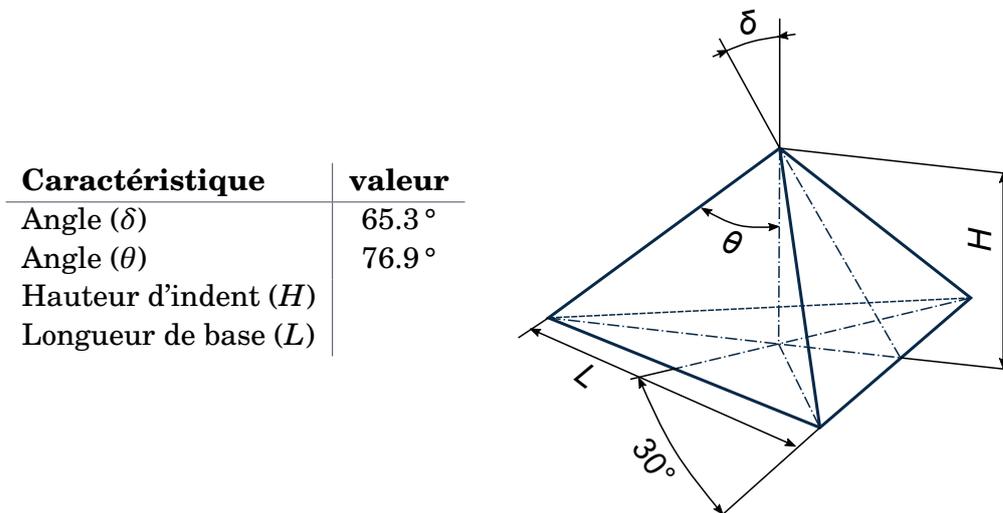


FIGURE 2.5 – Illustration de la géométrie d'un indenteur de type berkovitch. Image inspirée de [52].

Il convient de préciser que la qualité de l'état de surface de l'échantillon joue un rôle primordial dans l'utilisation de la nano-indentation. Celle-ci conditionne notamment la répétabilité des résultats de différents essais. Afin de garantir un bon état de surface, les échantillons sont, dans un premier temps, enrobés à froid dans une résine de type époxy, puis polis mécaniquement au papier abrasif de grains 220, 500 et 1200. L'étape finale comprend des polissages mécaniques pour un abrasif de type diamant jusqu'à la taille de grain de  $1/4 \mu\text{m}$ . Ce protocole s'inspire d'une méthode recommandée par Struers pour les matériaux composites renforcés de fibres de carbone. La figure 2.6 présente la surface finale de l'échantillon. En observant cette dernière, il est possible de distinguer les torons ainsi que la matrice. De même, un contrôle visuel permet de constater l'absence de stries de polissage.

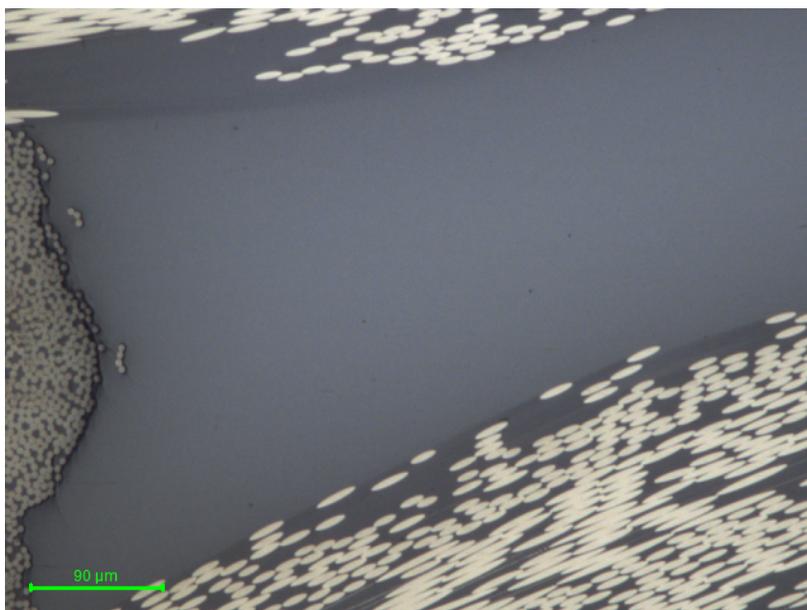


FIGURE 2.6 – Surface d'un échantillon obtenu après le polissage en vue de la réalisation des mesures de nanoindentation.

### 2.2.7 Calorimétrie différentielle à balayage

D'une manière générale, l'analyse thermique permet des mesures des évolutions d'une propriété physique d'un échantillon lorsque celui-ci est soumis à une variation de température programmée. La calorimétrie différentielle à balayage, dite *Differential Scanning Calorimetry*, DSC selon la norme ISO 11357, fait partie des analyses thermiques. Cette technique permet de quantifier les phénomènes endo/exothermiques accompagnant un changement de l'état physique du matériau. De ce fait, cette technique peut être employée pour la mesure de nombreuses grandeurs physiques : la chaleur spécifique, la variation d'enthalpie d'une transition de phase ou d'une réaction chimique, etc. [53]

Durant cette étude, un calorimètre différentiel à balayage de type NETZSCH DSC 214 Polyma a été utilisé pour évaluer la chaleur spécifique des constituants du matériau étudié. Il s'agit d'un calorimètre à flux de chaleur classique dont la cellule de mesure comprend un four et un capteur intégré (dispositif schématiquement illustré sur la figure 2.7). Le four permet de piloter les variations de température des creusets échantillon et référence. Les zones de capteurs sont connectés aux thermocouples ou peuvent faire partie du thermocouple. Cela permet de suivre non seulement la différence de température entre l'échantillon et la référence (signal DSC) mais aussi la température absolue de l'échantillon ou de la référence. L'objectif consiste à mesurer ces différences de température et ensuite de les transformer en flux de chaleur qui, finalement, renseignent sur la nature et l'intensité des réactions qui peuvent avoir lieu dans l'échantillon [53, 54].

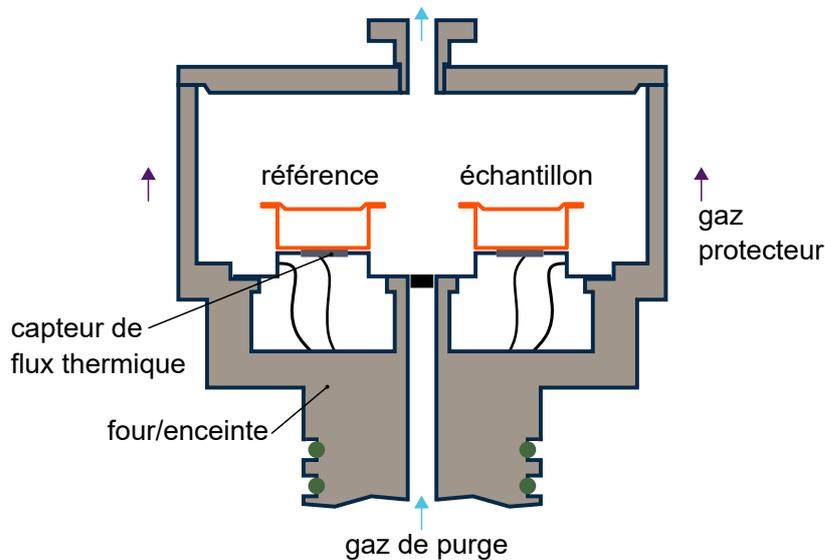


FIGURE 2.7 – Illustration du principe d'un calorimètre différentiel à balayage à flux de chaleur. Image inspirée de [54].

## 2.3 Matériau d'étude, éprouvettes

### 2.3.1 Caractéristiques générales

Le matériau d'étude est un composite tissé couche-à-couche fabriqué par le groupe Safran à des fins de recherche. Le composite est constitué d'une résine époxy et de fibres de carbone rassemblées en torons (48k). L'armure de tissage correspond à celle d'un matériau générique. Les variations de cette armure, investiguées dans cette étude, possèdent 8 ou 4 couches (8C ou 4C) ce qui produit une épaisseur respectivement de 7.5 mm ou 4 mm. La taille du motif de tissage est de 32.7 mm × 24.5 mm × 7.5/4 mm (respectivement longueur × largeur × épaisseur pour une orientation sens chaîne). Il est alors possible de constater que le motif possède de dimensions importantes. Ici, il convient de rappeler que le matériau d'étude est un matériau développé à vocation académique et, de ce fait, le motif de tissage ainsi que la taille des hétérogénéités sont notablement différents de la version utilisée industriellement. Le ratio de fibres chaîne trame est égal à 55/45. Ce déséquilibre vient de l'espacement entre les torons. En effet, l'espacement entre les torons dans le sens trame est plus important que dans le sens chaîne ce qui rend le ratio chaîne trame supérieur à 1.

Les éprouvettes ont été fournies par Safran Composites. Celles-ci sont obtenues par découpe dans des plaques. La préforme des plaques est tissée, découpée et placée dans un moule. Ensuite les plaques sont consolidées par le procédé RTM (*Resin Transfer Molding*) qui est un système de moulage sous pression. Les éprouvettes fournies sont découpées dans le sens chaîne ainsi que dans le sens trame. Leurs géométries sont schématisées sur la figure 2.8.

Il convient de préciser que la largeur de la zone utile est égale à environ 60% de la

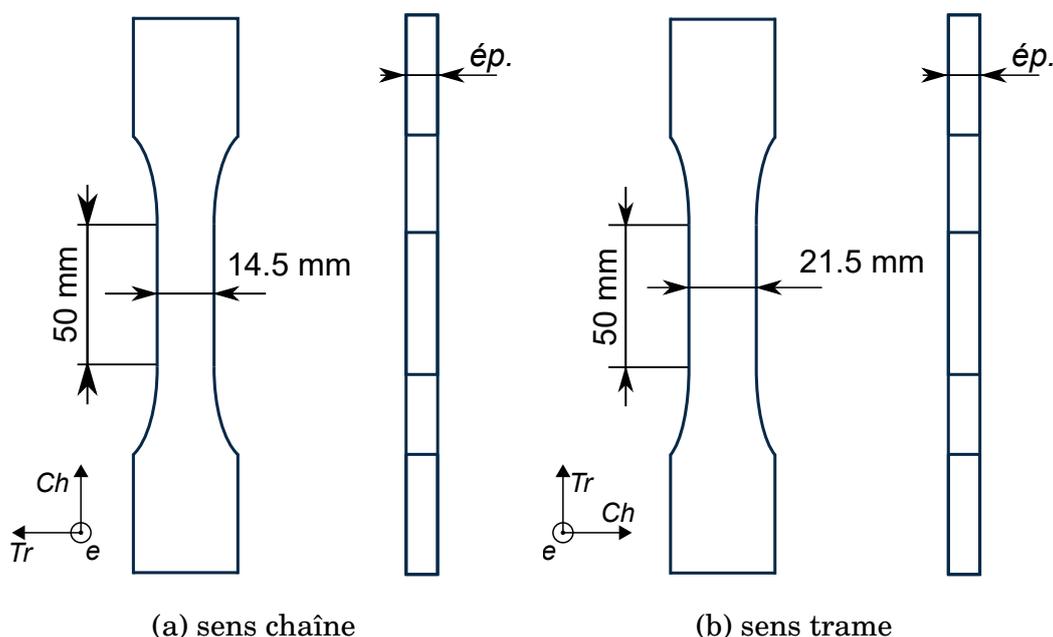


FIGURE 2.8 – Dimensions de la zone utile des éprouvettes utilisées.

largeur du motif dans le cas des éprouvettes sens chaîne et à environ 90% dans le cas des éprouvettes sens trame. Étant donné que la zone utile ne comprend même pas un motif entier, les propriétés physiques de différentes éprouvettes peuvent varier en fonction de la position de prélèvement.

### 2.3.2 Description de la microstructure

Le taux volumique des fibres (TVF) global est égal à environ 0.6. Cependant il n'est pas possible de considérer les torons complètement séparés de la résine. La figure 2.6 montre la surface du matériau après le polissage réalisé pour les mesures de nanoindentation et en examinant cette figure, il est possible de distinguer de la résine confinée au sein des torons. Afin de prendre en compte ces observations dans la description de la microstructure, il convient de définir un autre indicateur qui complète le TVF global : le taux volumique intra toron. Ce dernier décrit le taux volumique des fibres au sein d'un toron. Il reste à préciser que le taux volumique des fibres intra chaîne et intra trame ont été évalués respectivement à environ 0.8 et 0.88.

### 2.3.3 Analyse des propriétés physiques

L'évaluation de certaines propriétés physiques du matériau d'étude s'avère indispensable pour la suite de l'étude, en particulier la densité  $\rho$  et la chaleur spécifique  $c_p$  car celles-ci servent comme paramètres d'entrée aux analyses thermomécaniques présentées dans le chapitre 3. Cette section présente les méthodes d'évaluation expérimentale de ces deux grandeurs et fait le bilan des résultats obtenus.

### 2.3.3.1 Densité

La détermination de la masse volumique des composants du composite a été effectuée par la méthode de la pesée hydrostatique qui nécessite de peser l'échantillon  $\mathcal{E}$  dans l'air et ensuite dans l'eau. Le calcul de la densité  $\rho_{\mathcal{E}}$  s'effectue selon l'équation :

$$\rho_{\mathcal{E}} = \frac{\rho_{H_2O} \cdot m_{\mathcal{E}}^{air}}{m_{\mathcal{E}}^{air} - m_{\mathcal{E}}^{H_2O}} \quad (2.11)$$

$\rho_{H_2O}$  représente la densité de l'eau. En connaissant la température de l'eau au moment de la mesure  $T_{H_2O} = 22$  °C, sa densité peut être évaluée selon [55] à  $\rho_{H_2O} = 997.77 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ .  $m_{\mathcal{E}}^{air}$  respectivement  $m_{\mathcal{E}}^{H_2O}$  représentent le poids de l'échantillon dans l'air respectivement dans l'eau.

Les pesées ont été réalisées avec une balance Precisa XT 220A. Les échantillons de la fibre ainsi que de la résine ont été obtenus par découpe dans une éprouvette. Afin d'évaluer l'aspect de répétabilité, les mesures ont été répétées six fois. Les valeurs obtenues ainsi que les valeurs de la densité calculée sont présentés dans les tableaux 2.2.

mesure	poids dans l'air (g)	poids dans l'eau (g)	densité ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )
1	0.0083	0.0033	
2	0.0084	0.0032	
3	0.0083	0.0033	
4	0.0084	0.0032	
5	0.0083	0.0033	
6	0.0083	0.0031	
moyenne	0.00833	0.00323	1630

(a) fibre

mesure	poids dans l'air (g)	poids dans l'eau (g)	densité ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )
1	1.0598	0.2151	
2	1.0598	0.2148	
3	1.0598	0.2141	
4	1.0598	0.2147	
5	1.0598	0.2147	
6	1.0598	0.2146	
moyenne	1.0598	0.2147	1250

(b) résine

TABLE 2.2 – Mesures de pesées dans l'air et dans l'eau et les valeurs de densité calculées.

Il est possible de constater que les résultats sont comparables aux données trouvées dans la littérature. Bien que la densité calculée pour la fibre soit légèrement inférieure

aux valeurs trouvées dans la littérature qui varient entre 1.7 jusqu'à 1.94 kg·m<sup>-3</sup> [56, 57], cet écart reste acceptable vis-à-vis de la précision exigée à l'entrée des analyses thermomécaniques. En ce qui concerne la densité de la résine, elle correspond aux valeurs trouvées couramment. Celles-ci varient entre 1.2 jusqu'à 1.4 kg·m<sup>-3</sup> [58-60] dépendant, entre autres, du taux de cuisson.

### 2.3.3.2 Chaleur spécifique

La chaleur spécifique (autrement appelée capacité thermique massique) reflète la quantité d'énergie nécessaire pour augmenter la température d'un matériau d'une masse unitaire. La méthode employée pour sa détermination est celle décrite dans les normes ASTM E 1269, DIN 51 007 ou ISO 11357-4 et consiste à mesurer la différence de température (signal *DSC* exprimé en voltage) entre l'échantillon et la référence. La démarche comprend trois mesures : la ligne de base, un matériau de référence (saphir) et l'échantillon [61-63].

La ligne de base (*LdB*) correspond à la différence de température entre deux creusets vides. Cette mesure fournit le signal intrinsèque au système (pour le programme de température défini) qui doit être soustrait des mesures suivantes en faisant l'hypothèse que la ligne de base est cohérente d'une mesure à l'autre (pour le même programme de température).

La deuxième mesure utilise un échantillon d'un matériau standard  $\mathcal{S}$  dont la capacité thermique massique est bien connue. Le matériau standard choisi pour les mesures de cette étude est le saphir. L'objectif de cette étape est d'évaluer la sensibilité  $S$  du système de mesure en s'appuyant sur l'équation suivante :

$$S = \frac{DSC(\mathcal{S} - LdB)}{m^{\mathcal{S}} \cdot HR \cdot c_p^{\mathcal{S}}} \quad (2.12)$$

où  $m^{\mathcal{S}}$  représente la masse de l'échantillon de saphir,  $HR$  correspond à la vitesse des rampes de température et  $c_p^{\mathcal{S}}$  est la chaleur spécifique du saphir.

L'étape finale consiste à évaluer la chaleur spécifique du matériau étudié,  $\mathcal{E}$ . Cette évaluation se fait selon l'équation suivante :

$$c_p^{\mathcal{E}} = \frac{DSC(\mathcal{E} - LdB)}{m^{\mathcal{E}} \cdot HR \cdot S} \quad (2.13)$$

où  $c_p^{\mathcal{E}}$  représente respectivement la chaleur spécifique du matériau étudié et  $m^{\mathcal{E}}$  correspond à la masse d'échantillon.

Afin de caractériser le matériau d'étude, deux échantillons ont été découpés dans une éprouvette : un échantillon correspondant à la résine, le deuxième correspondant aux fibres du composite étudié. La figure 2.9 fait le bilan des résultats obtenus, les chaleurs spécifiques étant tracées en fonction de la température.

Il est à préciser que pour la suite de l'étude, seules les valeurs obtenues à la température de 30 °C seront retenues,  $c_p^{résine} = 1180 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$ ,  $c_p^{fibre} = 1050 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$ , puisque la dépendance à la température serait plus lourde à prendre en compte. Il a été estimé que la température de 30 °C correspond bien à la température connue lors de

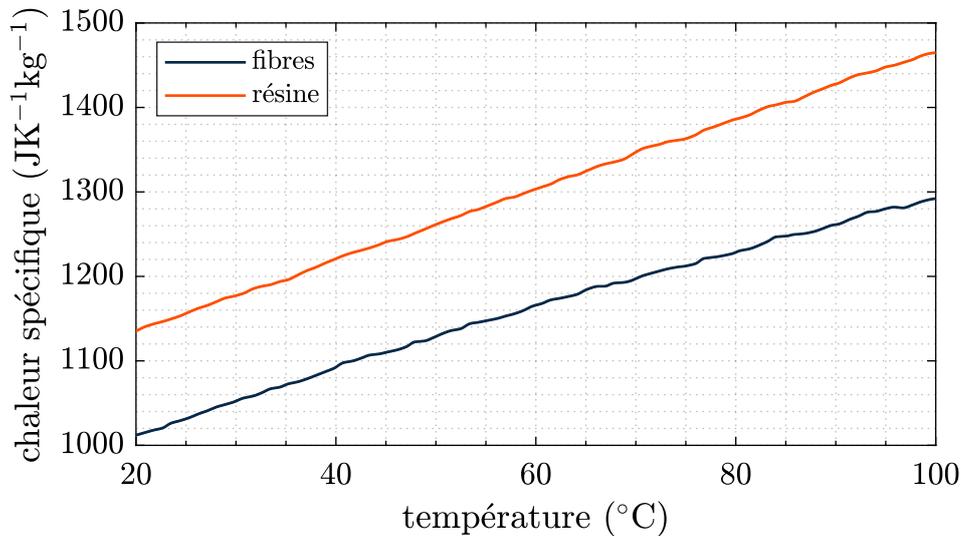


FIGURE 2.9 – Résultats de mesures de chaleur spécifique tracés en fonction de la température.

la majorité des essais (à la température ambiante d'environ 25 °C s'ajoutent quelques degrés supplémentaires induits par l'auto-échauffement). Ici, il est approprié de préciser que la variation de la valeur de chaleur spécifique liée à un changement de température de  $\pm 10$  °C reste inférieure à 4%. De ce fait, il est possible de considérer cette approximation comme suffisante vis-à-vis de l'ensemble des incertitudes liées aux mesures expérimentales.

## 2.4 Caractérisation des paramètres thermiques équivalents

La résolution du problème thermique d'une éprouvette exige la connaissance de certains paramètres thermiques. Il s'agit notamment du coefficient d'échange par convection  $\alpha$  et du tenseur de conductivité  $\underline{\lambda}$ . Cette section présente la démarche mise en place pour leur identification qui repose sur des comparaisons mesures/calculs.

Ces deux grandeurs sont évaluées à l'échelle de l'éprouvette. Il serait alors plus approprié de parler des paramètres effectifs, particulièrement du tenseur de conductivité effectif. En effet, une évaluation locale de ces paramètres serait laborieuse en raison de la microstructure complexe considérée. En outre, une description moyenne se montre suffisante pour l'interprétation des résultats expérimentaux obtenus à partir du protocole d'auto-échauffement (cf. chapitre 3).

Bien qu'il soit impossible de dissocier complètement les effets des paramètres thermiques recherchés, une identification couplée serait, néanmoins, compliquée à mettre en place. De ce fait, l'identification adoptée dans cette étude a été effectuée en plusieurs étapes :

1. Identification du coefficient d'échange par convection ;
2. Identification des composantes du tenseur de conductivité effectif ;
  - i. Identification de la composante sens chaîne,
  - ii. Identification de la composante sens trame,
  - iii. Identification de la composante sens épaisseur.

Enfin, il est à préciser que la valeur du coefficient d'échange par convection identifiée dans la première étape est ensuite utilisée durant l'identification des composantes du tenseur de conductivité effectif.

### 2.4.1 Coefficient d'échange par convection

Le premier paramètre à identifier est le coefficient d'échange thermique par convection avec l'air. L'identification de ce dernier utilise les courbes de refroidissement obtenues durant des essais d'auto-échauffement (cf. section 3.3 et annexe A). À cet égard, il convient de préciser que l'identification de ce composant est effectuée pour une configuration donnée et, dans ce cas, c'est celle utilisée durant les essais d'auto-échauffement, qui est un peu différente de celle utilisée pour l'identification des composantes du tenseur de conductivité effectif. Cependant les validations présentées dans les sections 2.4.1.4 et 2.4.2.4 montreront que la précision obtenue avec cette démarche d'identification s'avère suffisante.

#### 2.4.1.1 Données expérimentales

Les courbes de refroidissement expérimentales sont obtenues à partir des images de champ de température obtenues par la caméra infrarouge et moyenne sur la région d'intérêt.

#### 2.4.1.2 Modèle numérique

Le modèle numérique a pour objectif de simuler le refroidissement de la partie libre de l'éprouvette. La durée du temps de simulation se base sur la valeur du temps caractéristique  $\tau$  et elle est fixée à  $5\tau$  ce qui permet d'atteindre la stabilisation de la température. Il est à préciser que ces temps caractéristiques avaient été identifiés expérimentalement en amont pour chaque type d'éprouvette utilisée dans cette étude (cf. annexe A).

Les courbes de refroidissement numériques sont obtenues à partir des simulations et de la même façon que les courbes expérimentales. Les simulations ont été réalisées avec le code de calcul par éléments finis Abaqus. La géométrie correspond à la géométrie de l'éprouvette dans la région d'intérêt définie pour le calcul de la température moyenne. Les valeurs de la densité et de la chaleur spécifique renseignées,  $\bar{\rho} = 1515 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ,  $\bar{c}_p = 1115 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , correspondent à la moyenne des valeurs des composantes pondérées par les taux volumiques. La conductivité effective est considérée isotrope et égale à  $\bar{\lambda} = 5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Cette valeur correspond à l'ordre de grandeur déterminée dans Lecointe *et al.* [64] pour un matériau composite carbone/époxy. Cependant, une étude paramétrique a montré que l'influence de la valeur de conductivité sur les résultats de l'identification reste négligeable et, de ce fait, il est possible de se contenter d'une valeur approximée.

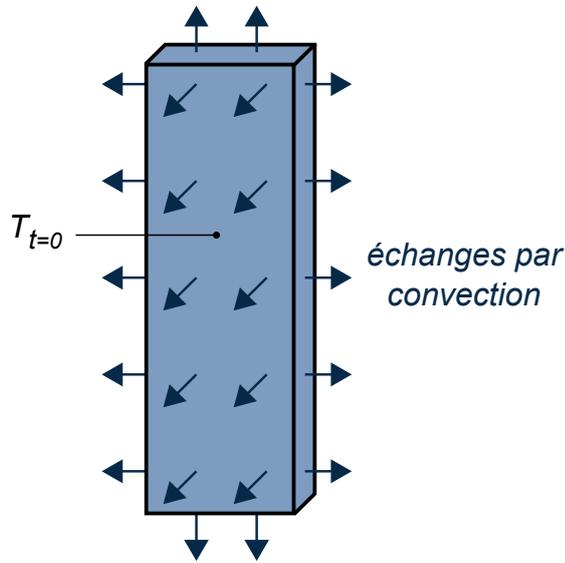


FIGURE 2.10 – Schématisation du modèle éléments finis utilisé pour l'identification du coefficient d'échange par convection.

Quant à la stratégie de modélisation, il a été décidé de s'appuyer sur un modèle numérique simple (cf. figure 2.10). Une interaction avec l'air dont la température moyenne est notée  $T_{\text{ext}}$  est définie sur chacune des faces du modèle. Étant donné que cette interaction est directement associée aux échanges par convection, ces échanges se font aussi par les faces inférieure et supérieure du modèle, ce qui ne correspond pas à la réalité. Afin de restreindre l'identification uniquement au coefficient de convection naturel, une température moyenne initiale  $T_0$  est imposée sur l'ensemble du modèle numérique. Cette température moyenne initiale est équivalente à celle calculée à partir des champs thermiques mesurés sur la région d'intérêt avant le début du refroidissement de l'éprouvette (à  $t_{ref}^- = 0$ ). Le maillage utilisé pour le modèle est un maillage 3D composé d'hexaèdres à intégration réduite de type DC3D8R (8 nœuds, 1 point d'intégration).

### 2.4.1.3 Identification

L'identification du coefficient d'échange par convection a été réalisée via une étude paramétrique qui compare les résultats numériques aux résultats expérimentaux obtenus sur une éprouvette 8C sens chaîne. Cette dernière a permis d'obtenir une très bonne estimation de la valeur de ce coefficient sans nécessiter l'utilisation d'un algorithme d'optimisation. L'intervalle investigué ( $5 - 25$ )  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  correspond à une convection naturelle due à l'air à température ambiante.

Les résultats de l'identification sont affichés sur la figure 2.11. La courbe de refroidissement obtenue pour la valeur du coefficient d'échange  $\alpha = 15.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  approxime au mieux la courbe expérimentale. Cela a aussi été validé en calculant l'erreur au sens des moindres carrés.

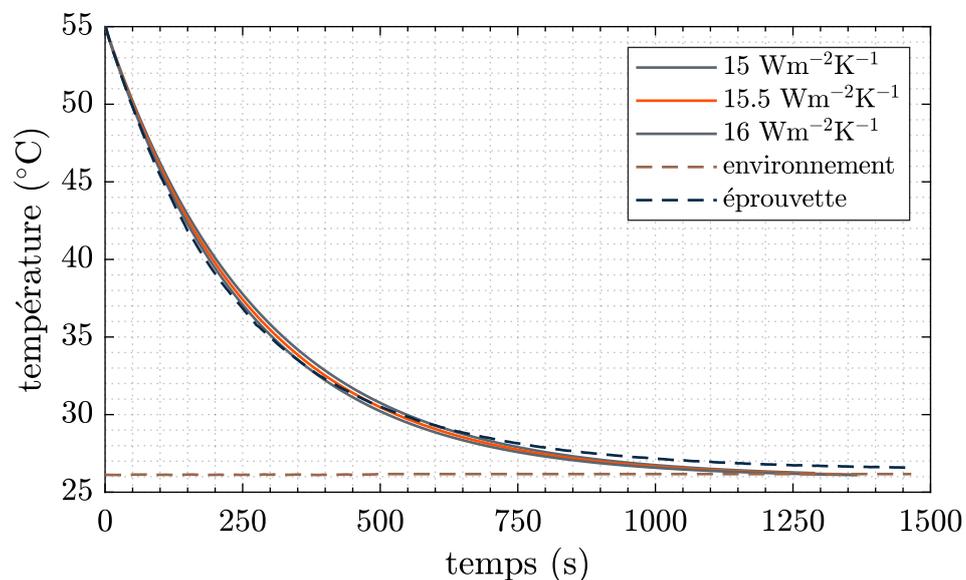


FIGURE 2.11 – Identification du coefficient d'échange par convection sur une éprouvette sens chaîne 8 couches.

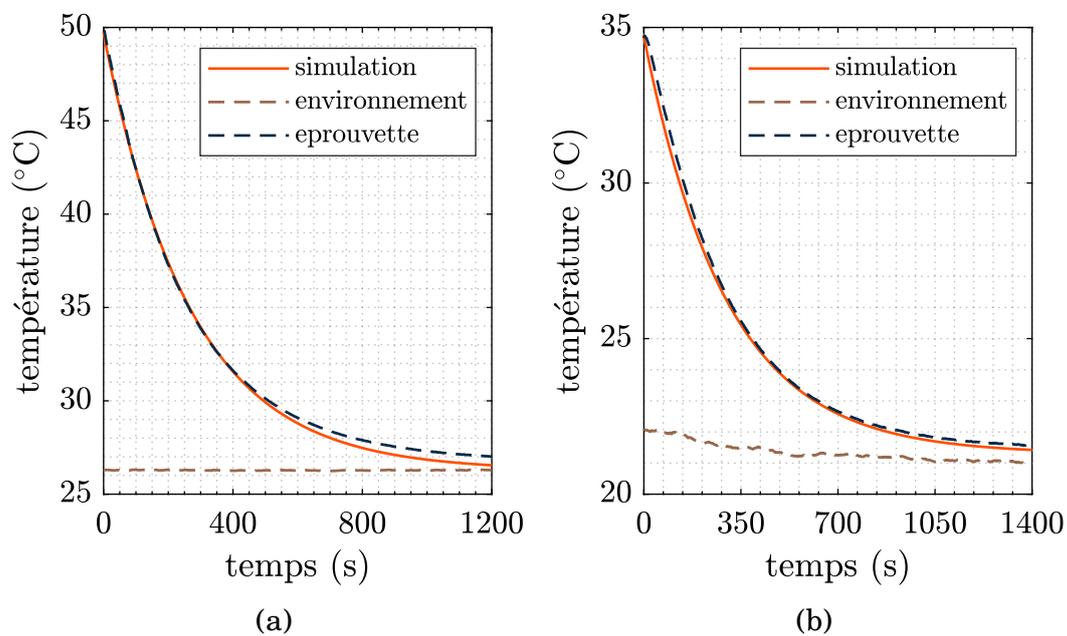


FIGURE 2.12 – Validation du coefficient d'échange par convection effectuée sur une éprouvette : (a) sens chaîne 4C, (b) sens trame 8C.

### 2.4.1.4 Validation

Afin de valider la valeur identifiée du coefficient d'échange par convection, les courbes de refroidissement ont été simulées pour une éprouvette sens trame 8C et une éprouvette sens chaîne 4C. Les résultats sont affichés sur la figure 2.12.

Bien que le modèle numérique soit très simple, il est possible de conclure que les simulations approximent bien les courbes expérimentales. De ce fait, la valeur du coefficient d'échange par convection  $\alpha = 15.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  se montre satisfaisante pour simuler l'échange thermique entre l'éprouvette et l'air (pour la configuration donnée) et elle sera utilisée dans la suite de l'étude.

## 2.4.2 Identification du tenseur de conduction équivalent

Cette section détaille la démarche d'identification des composantes du tenseur de conduction anisotrope équivalent. Les composantes du tenseur s'écrivent dans le repère chaîne/trame/épaisseur (cf. figure 2.8) de manière suivante :

$$\underline{\lambda} = \begin{bmatrix} \bar{\lambda}_{Ch} & 0 & 0 \\ 0 & \bar{\lambda}_{Tr} & 0 \\ 0 & 0 & \bar{\lambda}_e \end{bmatrix}_{(Ch,Tr,e)} \quad (2.14)$$

où les indices  $Ch, Tr, e$  représente la direction chaîne, respectivement trame, respectivement épaisseur.

### 2.4.2.1 Obtention de données expérimentales

Le dispositif expérimental mis en place pour l'identification comprend une plaque chauffante pour réguler la température, une plaque en aluminium ( $\lambda_{\text{alu}} \approx 200 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) d'épaisseur 2 mm placée entre la plaque chauffante et l'éprouvette jouant le rôle de conducteur et la caméra infrarouge (dispositif présenté sur la figure 2.13). Afin de faciliter les manipulations, il a été décidé d'utiliser uniquement la tête des éprouvettes rompues. La partie des éprouvettes utilisées est celle prise dans les mors et n'a donc pas été endommagée lors des essais réalisés auparavant. L'éprouvette ainsi que la plaque en aluminium ont été peintes en noir afin d'obtenir une émissivité homogène et proche de 1. La température de la plaque chauffante est fixée à  $T = 40 \text{ }^\circ\text{C}$ .

L'objectif est de mesurer l'évolution du champ de température de la surface observée en fonction du temps. Dans le cas d'un matériau orthotrope et en faisant l'hypothèse d'un contact parfait, il est possible de considérer que la chaleur se diffuse majoritairement dans une direction qui correspond à la composante à identifier. La validité de cette hypothèse a été numériquement confirmée, cette vérification est détaillée dans Kwiatkowski [65]. La démarche est schématisée sur la figure 2.14

Afin d'assurer une identification cohérente, il a été nécessaire d'évaluer la distance entre la zone d'étude et la surface de contact. Pour quantifier le décalage nécessaire, les profils de température selon la direction de la composante à identifier ont été tracés sur la figure 2.15. Un tel profil est obtenu en moyennant la température de tous les pixels perpendiculaires à la direction d'identification. Ces profils correspondent aux instants

## 2.4. Caractérisation des paramètres thermiques équivalents



FIGURE 2.13 – Dispositif expérimental mise en place pour l'identification du tenseur de conductivité équivalent.

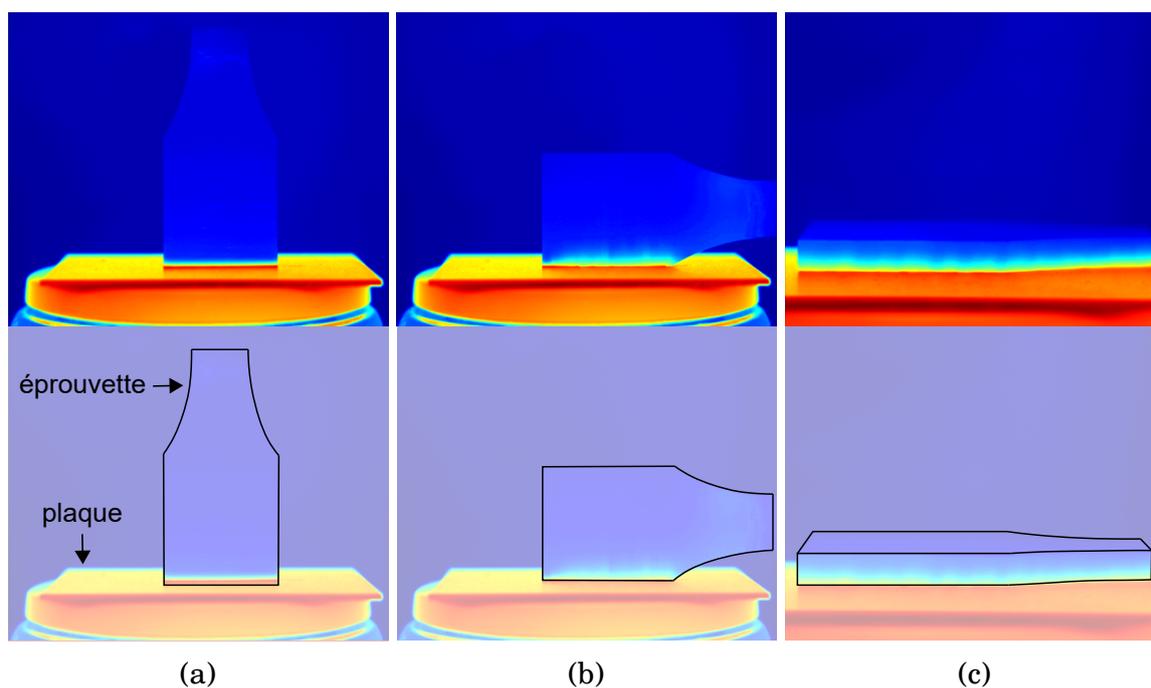


FIGURE 2.14 – Position de l'échantillon en fonction de la composante du tenseur de conductivité à identifier : (a)  $\bar{\lambda}_{Ch}$  (échantillon sens chaîne) ou  $\bar{\lambda}_{Tr}$  (échantillon sens trame), (b)  $\bar{\lambda}_{Tr}$  (échantillon sens chaîne) ou  $\bar{\lambda}_{Ch}$  (échantillon sens trame), (c)  $\bar{\lambda}_e$ .

de temps  $t = 20\text{ s}$  et  $t = 30\text{ s}$  choisis de manière arbitraire mais correspondant à un état stabilisé et sans influence notable de la convection.

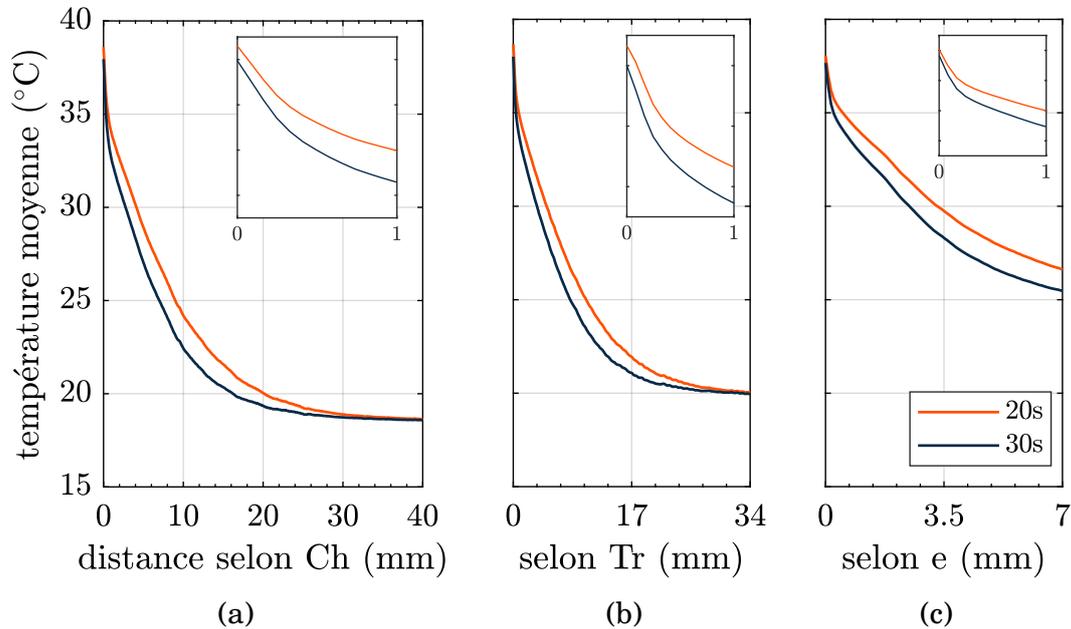


FIGURE 2.15 – Profils de température de la zone d'étude pour des temps  $t=20\text{s}$  et  $t=30\text{s}$  (éprouvette sens chaîne) : (a) profil de température selon la direction chaîne, (b) profil de température selon la direction trame, (c) profil de température selon la direction de l'épaisseur.

En analysant ces figures, il est possible de repérer une zone de transition pour une distance de la surface de contact inférieure à 1 mm qui manifeste une brusque diminution linéaire de la température avant que celle-ci se transforme en une évolution exponentielle inverse. Afin que cette zone, dite de transition, ne vienne pas biaiser l'identification, les analyses débuteront à 2 mm de l'interface entre l'éprouvette et la plaque.

#### 2.4.2.2 Modèle numérique

Le modèle EF se base sur celui utilisé dans la section 2.4.1. La géométrie du modèle correspond à celle de la tête de l'éprouvette. La température est considérée constante dans les plans parallèles à la surface de contact. De ce fait, l'identification des composantes se fait de manière indépendante et la conductivité mise en entrée du modèle Abaqus peut être considérée isotrope.

L'interaction avec l'air est modélisée par une convection dont le coefficient d'échange est celui identifié dans la section précédente,  $\alpha = 15.5\text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ . L'application des conditions aux limites est schématisée sur la figure 2.16. Un champ de température initial est appliqué sur le maillage d'une face du modèle numérique. Cette face correspond à la surface observée par la caméra infrarouge. Ce champs de température initial est

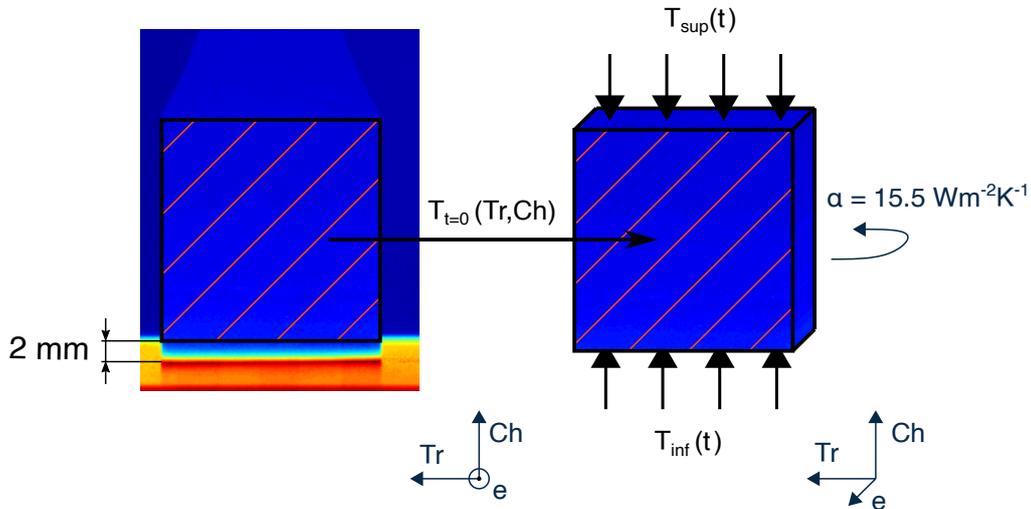


FIGURE 2.16 – Schématisation des conditions aux limites appliquées au modèle numérique Abaqus lors de l'identification des composantes du tenseur de conductivité équivalent.

répété le long de la troisième direction (direction normale à la surface observée) en faisant l'hypothèse que la température est homogène dans cette direction-ci. Les températures moyennes en fonction du temps des parties inférieures  $T_{inf}(t)$  et supérieures  $T_{sup}(t)$  de la zone d'étude sont appliquées sur les surfaces inférieures et supérieures du modèle.

### 2.4.2.3 Identification des coefficient du tenseur de conductivité anisotrope

L'objectif est d'identifier les composantes du tenseur de conductivité en comparant les profils de température obtenus expérimentalement avec les profils de température calculés. Les profils tracés dans la suite correspondent toujours aux instants de temps  $t = 20 \text{ s}$  et  $t = 30 \text{ s}$ .

### Identification du tenseur de conductivité pour une éprouvette sens chaîne

La figure 2.18 montre que les valeurs des composantes  $\bar{\lambda}_{Ch} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et  $\bar{\lambda}_{Tr} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  permettent de bien approximer les profils de température expérimentaux. Quant à la composante selon la direction  $e$ , l'identification est réalisée sur la tranche ainsi que sur la face comme illustré sur la figure 2.17. Étant donné que l'identification se fait sur une distance relativement faible (5 mm), cette démarche permet d'avoir plus de confiance sur la valeur identifiée. En comparant les résultats visualisés sur les figures 2.19a et 2.19b, il est possible de constater que les deux identifications sont cohérentes et que la valeur de la composante identifiée dans la direction de l'épaisseur est égale à  $\bar{\lambda}_e = 1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

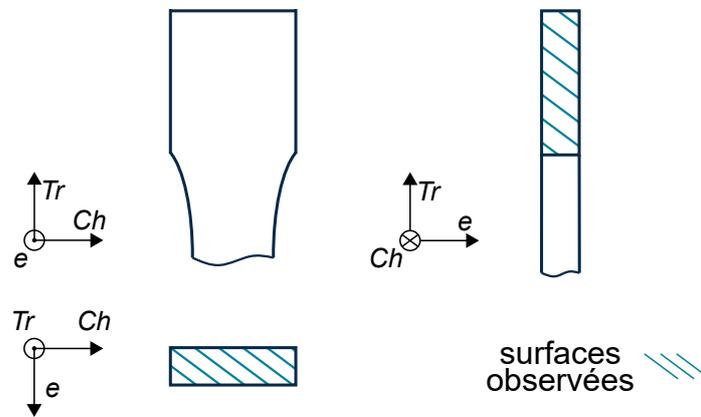


FIGURE 2.17 – Schématisation des surfaces observées lors de l'identification de la composante  $\bar{\lambda}_e$ .

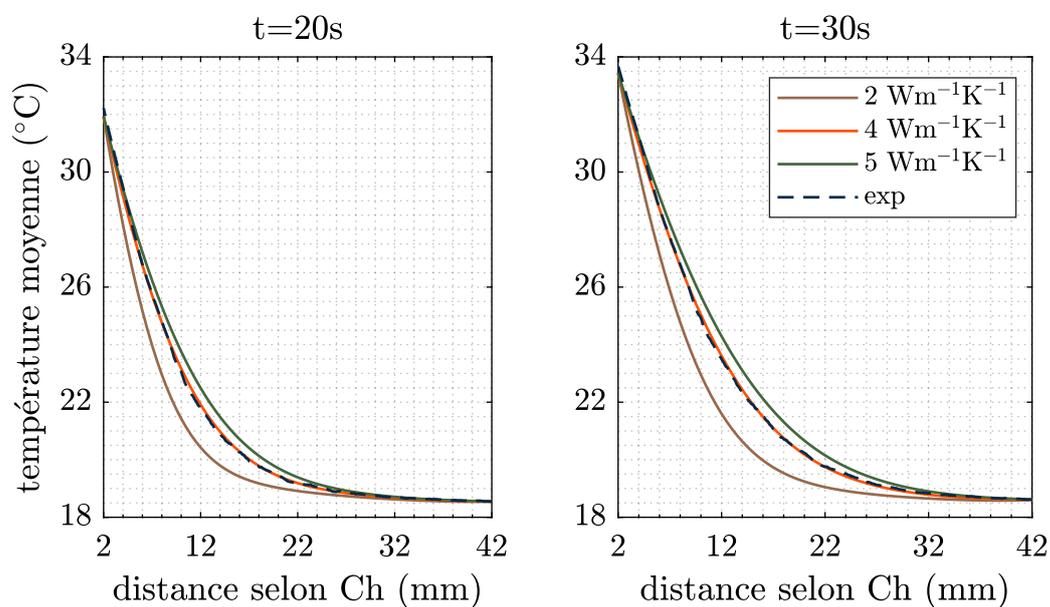
### Identification du tenseur de conductivité pour une éprouvette sens trame

L'identification a été effectuée, de la même manière qu'auparavant, sur une éprouvette sens trame. Les figures 2.20 et 2.21 résument les résultats obtenus. Les valeurs des composantes identifiées pour une éprouvette sens trame sont comprises dans les intervalles suivants :

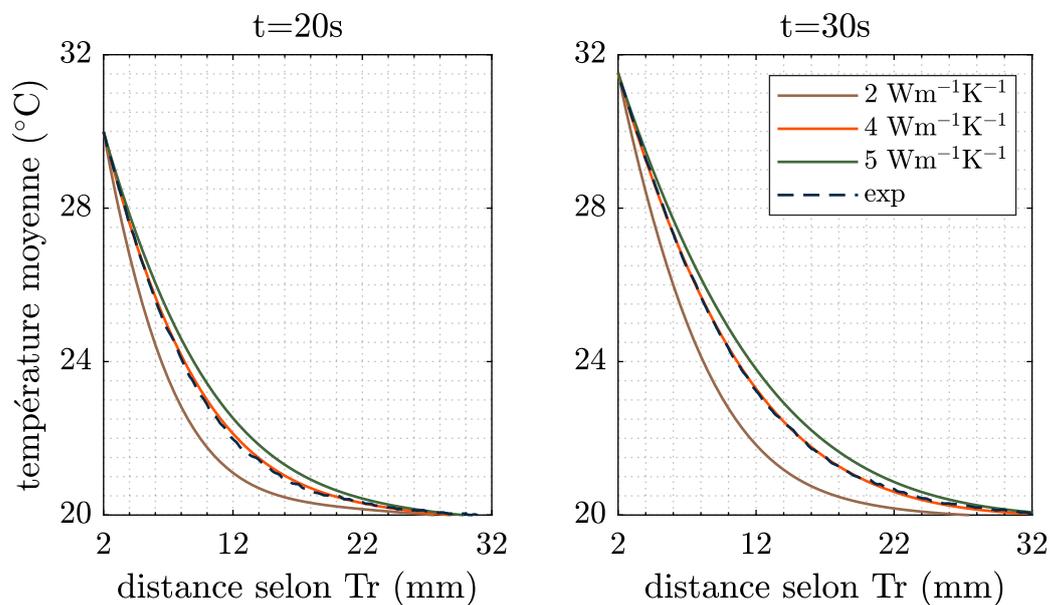
$$\begin{aligned} -\bar{\lambda}_{Ch} &= (3.5 - 4.) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}; \\ -\bar{\lambda}_{Tr} &= (3.5 - 4.) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}; \\ -\bar{\lambda}_e &= (0.8 - 1.2) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}. \end{aligned}$$

En comparant les résultats identifiés pour l'éprouvette sens chaîne et pour l'éprouvette sens trame, il est possible de constater que ceux-ci se révèlent cohérents. Le tenseur de conductivité retenu pour la suite de l'étude est le suivant :

$$\underline{\lambda} = \begin{bmatrix} 4. & 0 & 0 \\ 0 & 4. & 0 \\ 0 & 0 & 1. \end{bmatrix}_{(Ch,Tr,e)} \quad (\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}) \quad (2.15)$$

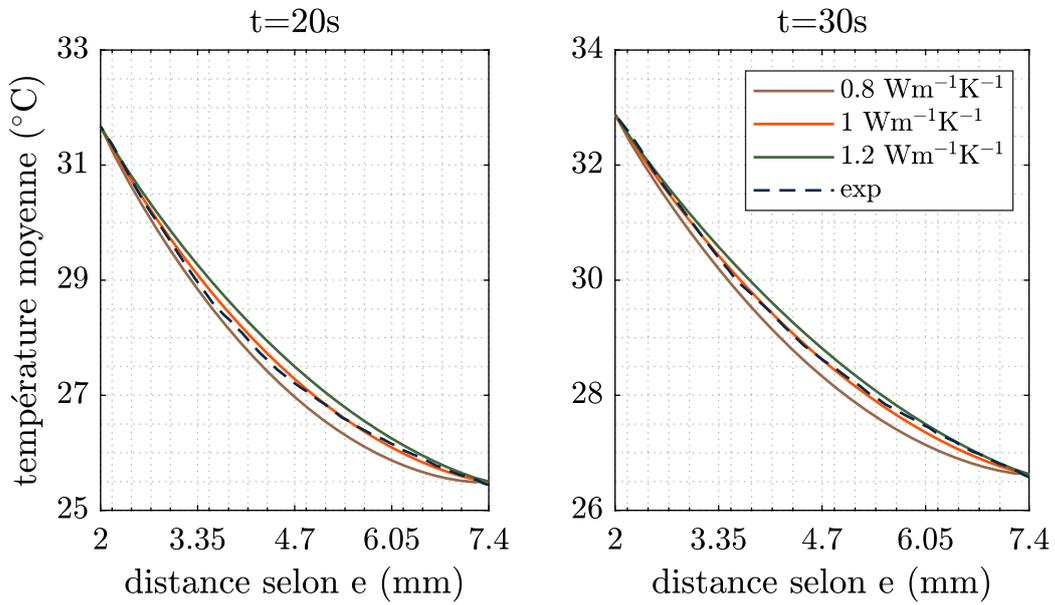


(a) identification de la composante  $\bar{\lambda}_{Ch}$

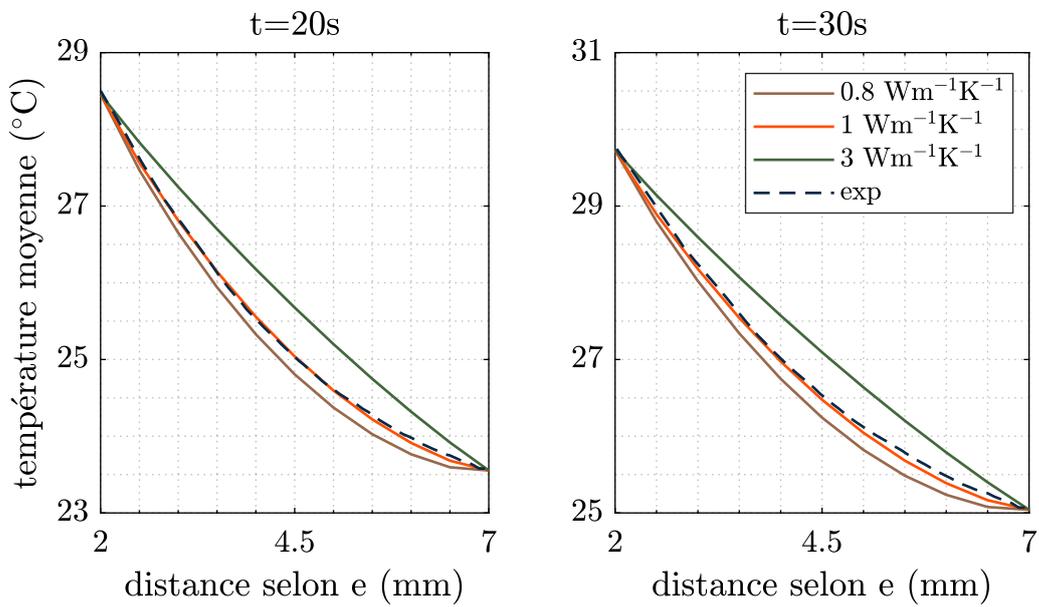


(b) identification de la composante  $\bar{\lambda}_{Tr}$

FIGURE 2.18 – Identification des composantes  $\bar{\lambda}_{Ch}$  et  $\bar{\lambda}_{Tr}$  du tenseur de conductivité sur une éprouvette sens chaîne.

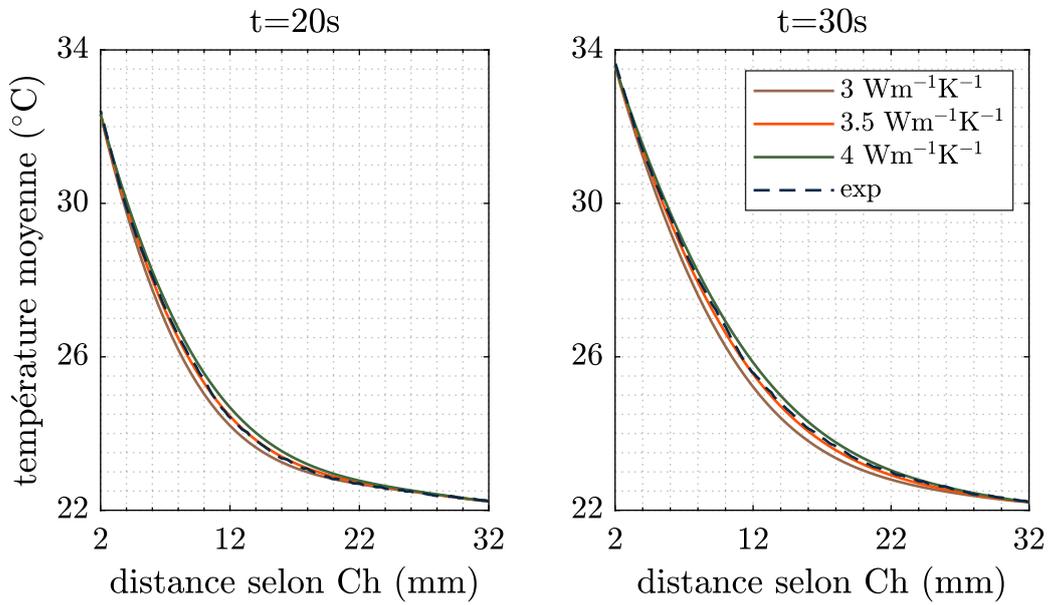


(a) composante  $\bar{\lambda}_e$  identifiée sur la tranche

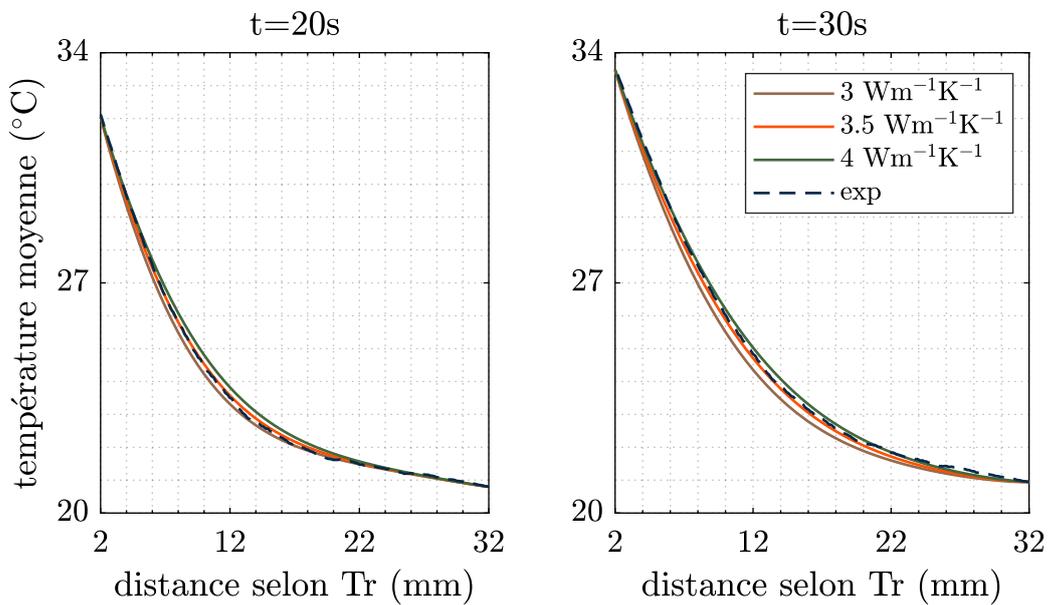


(b) composante  $\bar{\lambda}_e$  identifiée sur la face

FIGURE 2.19 – Identification de la composante  $\bar{\lambda}_e$  du tenseur de conductivité effectuée sur la tranche ainsi que sur la face d’une éprouvette sens chaîne.

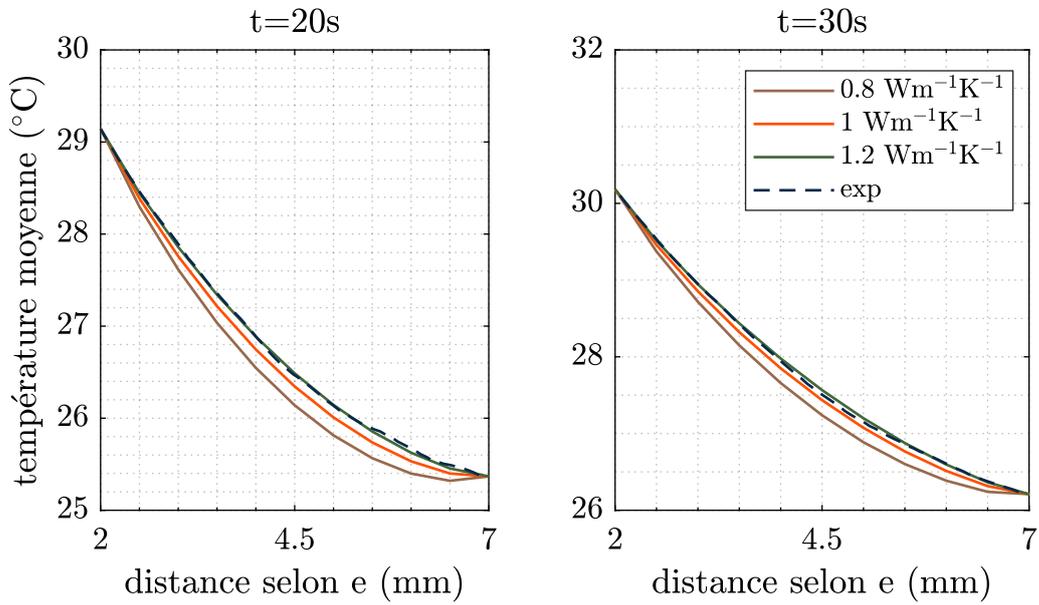


(a) identification de la composante  $\bar{\lambda}_{Ch}$

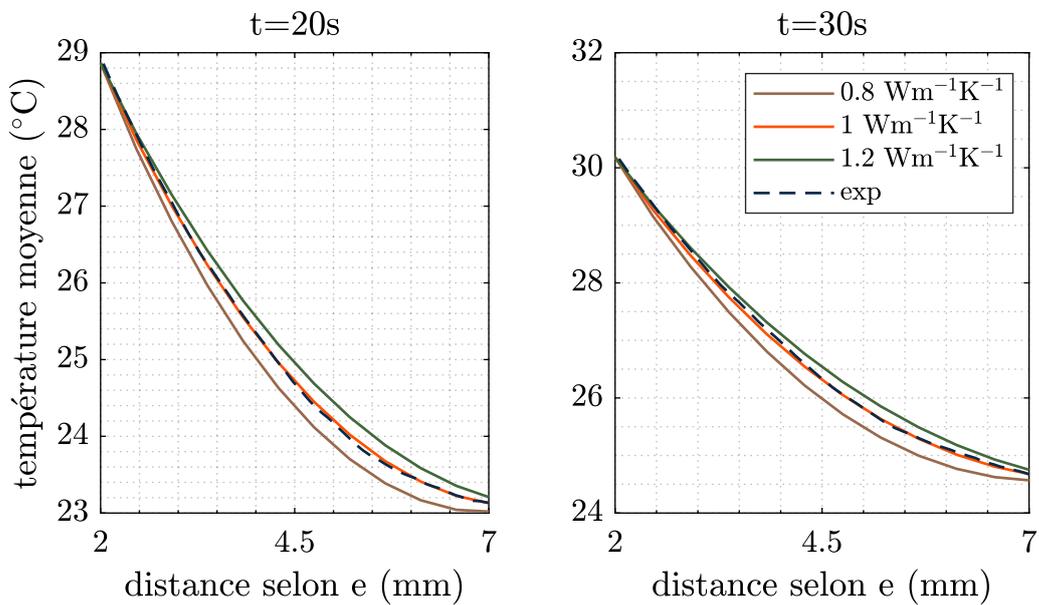


(b) identification de la composante  $\bar{\lambda}_{Tr}$

FIGURE 2.20 – Identification des composantes  $\bar{\lambda}_{Ch}$  et  $\bar{\lambda}_{Tr}$  du tenseur de conductivité sur une éprouvette sens trame.



(a) composante  $\bar{\lambda}_e$  identifiée sur la tranche



(b) composante  $\bar{\lambda}_e$  identifiée sur la face

FIGURE 2.21 – Identification de la composante  $\bar{\lambda}_e$  du tenseur de conductivité effectuée sur la tranche ainsi que sur la face d’une éprouvette sens trame.

Il convient de préciser que les composantes du tenseur de conductivité ont été également calculées de manière analytique. Cette évaluation s'appuie sur la méthode d'homogénéisation multi-échelle décrite dans Senghor [66] et elle est considérée comme un élément de validation pour la démarche d'identification présentée ci-dessus. Les valeurs de la conductivité thermique de la résine et des fibres n'étant pas connues, les données de la littérature ont été adoptées [64, 67]. Le calcul (présenté en détail dans Kwiatkowski [65]) donne les valeurs suivantes :

- $\bar{\lambda}_{Ch} = (3.2 - 5.4) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  ;
- $\bar{\lambda}_{Tr} = (2.3 - 4.6) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  ;
- $\bar{\lambda}_e = (0.7 - 0.9) \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Il est possible de remarquer que le calcul analytique prévoit la composante dans le sens trame inférieure à celle dans le sens chaîne. Cette différence est liée au ratio de fibres chaîne trame qui est inférieure à 1 (55/45). Bien que cette différence éventuelle ne soit pas captée par la démarche d'identification proposée, elle reste relativement faible. De ce fait et car le déséquilibre entre le sens chaîne est trame reste modéré, l'utilisation d'une seule valeur de conduction pour les deux directions ne devrait pas entraîner d'erreurs importantes. En dehors de cela, il est possible de conclure que l'approche analytique donne des résultats cohérents vis-à-vis des valeurs identifiées.

### 2.4.2.4 Validation des coefficients du tenseur de conductivité anisotrope par l'analyse de la diffusion 2D

Afin de vérifier les valeurs des composantes du tenseur de conductivité, un montage permettant la diffusion de la chaleur selon deux dimensions a été mis en place. Une cale d'échantillonnage en acier a été placée entre la plaque en aluminium et l'éprouvette testée selon toute la longueur de celle-ci. L'objectif est d'imposer une source de chaleur locale et de comparer les champs de température mesurés avec les champs de température obtenus par simulations numériques. Le tenseur de conductivité équivalent utilisé pour les simulations est celui identifié dans la section précédente :  $\bar{\lambda}_{Ch} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $\bar{\lambda}_{Tr} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $\bar{\lambda}_e = 1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . L'interaction avec l'air est décrite par convection caractérisée par un coefficient d'échange  $\alpha = 15.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

L'application des conditions aux limites est schématisée sur la figure 2.22. Le champ de température initial  $T_0$  est récupéré à partir des mesures par caméra infrarouge au temps  $t_0^+$  (contact entre la plaque chauffante et l'éprouvette). Celui-ci est ensuite appliqué au maillage du modèle numérique. Une température moyenne  $T_{sup}(t)$  est appliquée sur la surface supérieure du modèle numérique. La surface inférieure est discrétisée afin de pouvoir appliquer le profil de température au contact avec la cale en fonction du temps en respectant au mieux les profils de température expérimentaux.

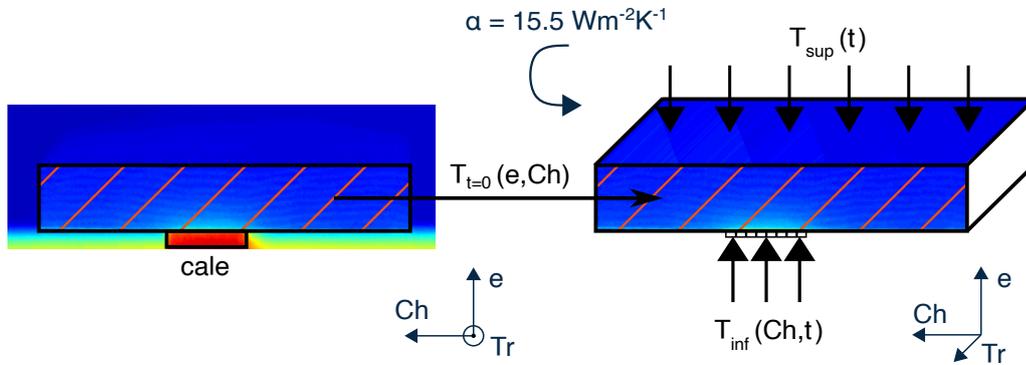


FIGURE 2.22 – Schématisation des conditions aux limites appliquées au modèle numérique.

Afin de pouvoir comparer les champs de température expérimentaux et numériques de la région d'intérêt, il est nécessaire de définir une mesure d'erreur. L'erreur relative utilisée dans la suite est donnée par l'équation suivante

$$\epsilon = \frac{|T_{\text{num}} - T_{\text{exp}}|}{\max(T_{\text{exp}}) - \min(T_{\text{exp}})} \times 100 \quad (\%) \quad (2.16)$$

où  $T_{\text{exp}}$  représente la température mesurée expérimentalement et  $T_{\text{num}}$  représente la température numérique interpolée. Cette erreur relative est calculée pour chaque pixel les résultats sont, pour des temps  $t = 20 \text{ s}$  et  $t = 30 \text{ s}$ , tracés sous la forme de cartographies avec des histogrammes associés (cf. figures 2.23 et 2.24).

Il est possible de remarquer que la valeur de l'erreur définie précédemment est en grande majorité inférieure à 10%. En outre, il est nécessaire de souligner qu'un tenseur de conductivité équivalent ne peut pas permettre de simuler la diffusion de la chaleur à l'échelle locale, dite mésoscopique. De ce fait, il est possible d'observer que la valeur de l'erreur varie en fonction de la micro-structure de l'éprouvette. Cependant, il est également possible de constater que la précision des propriétés thermiques équivalentes identifiées s'avère suffisante pour alimenter les simulations numériques à l'échelle de l'éprouvette.

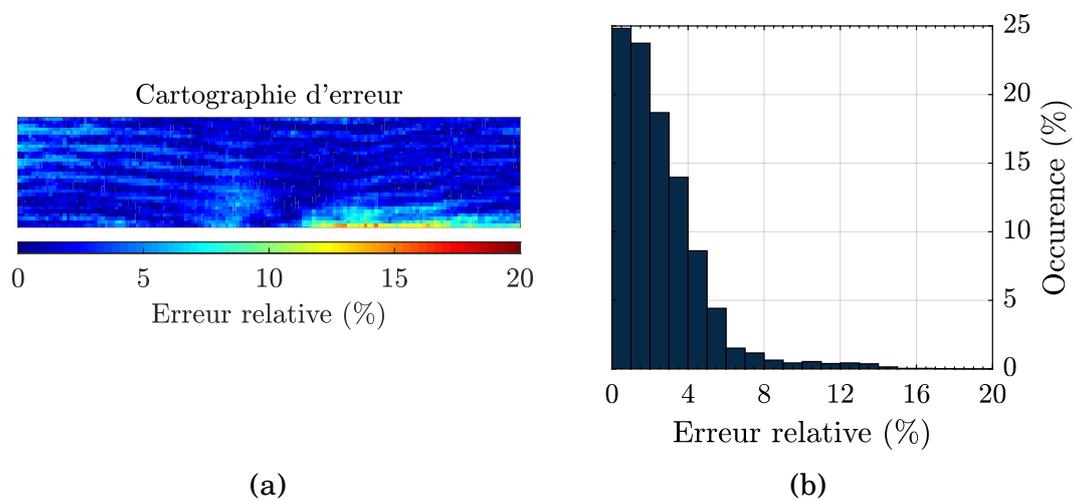


FIGURE 2.23 – Représentation de l’erreur relative entre les champs de température expérimental et numérique pour  $t = 20$  s pour une éprouvette sens trame : (a) cartographie d’erreur relative, (b) histogramme associé.

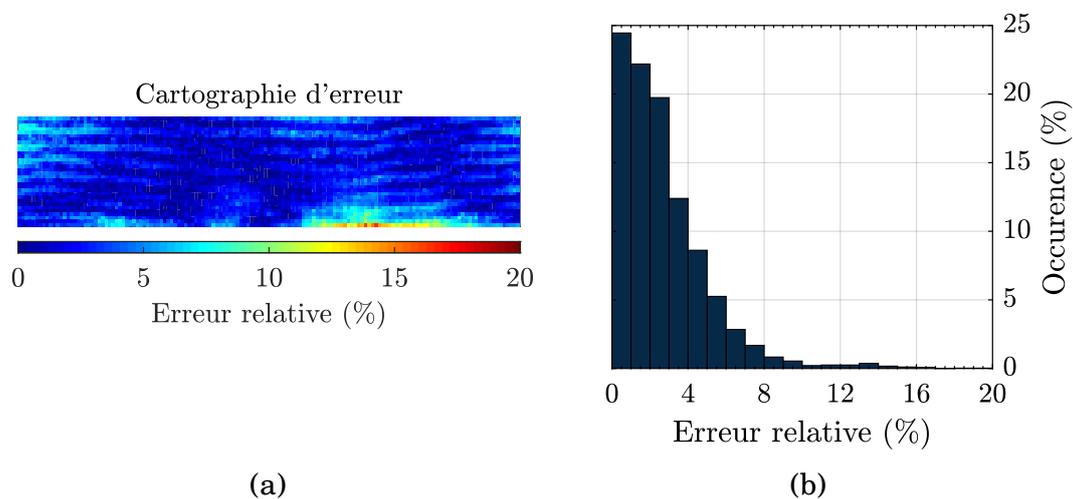


FIGURE 2.24 – Représentation de l’erreur relative entre les champs de température expérimental et numérique pour  $t = 30$  s pour une éprouvette sens trame : (a) cartographie d’erreur relative, (b) histogramme associé.

### 2.4.2.5 Bilan

Les comparaisons montrées dans la section précédente permettent de valider les valeurs des paramètres thermiques retenus pour la suite de l'étude :

- $\alpha = 15.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  ;
- $\bar{\lambda}_{\text{Ch}} = 4. \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  ;
- $\bar{\lambda}_{\text{Tr}} = 4. \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  ;
- $\bar{\lambda}_{\text{e}} = 1. \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Ces valeurs serviront de paramètres d'entrée pour le problème thermique présenté dans le chapitre 3. Il convient, cependant, de rappeler que ces paramètres sont des paramètres effectifs et, de ce fait, ils ne peuvent être utilisés qu'à l'échelle de l'éprouvette. La résolution du problème local nécessiterait une évaluation locale de ces paramètres thermiques, notamment, du tenseur de conduction. Toutefois, cette description est trop complexe pour pouvoir être réalisée dans le cadre des travaux de cette thèse.

## 2.5 Bilan

Cette étude s'intéresse à un composite tissé couche-à-couche constitué d'une résine époxy et des fibres de carbone. Les éprouvettes utilisées possèdent 8 ou 4 couches et ont été découpées dans le sens chaîne et trame, ce qui donne, en total, 4 types d'éprouvette différents.

Afin de disposer des propriétés physiques indispensables aux analyses thermomécaniques, il a été nécessaire d'évaluer la densité et la chaleur spécifique des constituants. Outre de ces propriétés physiques, la résolution du problème thermique associé exige également la connaissance du coefficient d'échange par convection ainsi que du tenseur de conduction. Ces derniers ont été évalués à l'échelle de l'éprouvette et alimenteront les analyses des champs de température obtenus avec le protocole d'auto-échauffement, qui seront présentées dans le chapitre suivant.

# Caractérisation thermomécanique

## Sommaire

---

3.1	Introduction . . . . .	44
3.2	Analyse des champs de température . . . . .	45
3.2.1	Compensation de mouvements . . . . .	45
3.2.2	Détermination des termes sources à partir de l'équation de la chaleur	51
3.2.3	Génération de cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée . . . . .	54
3.2.4	Génération de cartographies des amplitudes à $2 \times f$ . . . . .	57
3.2.5	Détection d'événements thermiques . . . . .	60
3.3	Analyse des courbes d'auto-échauffement . . . . .	67
3.3.1	Principe . . . . .	67
3.3.2	Bilan des configurations testées . . . . .	70
3.3.3	Application à une configuration . . . . .	71
3.3.4	Analyses par émission acoustique . . . . .	80
3.3.5	Bilan et discussions . . . . .	85
3.3.6	Synthèse des autres configurations . . . . .	86
3.4	Analyse des cartographies . . . . .	87
3.4.1	Essai d'auto-échauffement . . . . .	87
3.4.2	Essai d'auto-échauffement inversé . . . . .	90
3.4.3	Essai d'auto-échauffement progressif . . . . .	95
3.4.4	Observations mésoscopiques . . . . .	97
3.4.5	Bilan et discussions . . . . .	107
3.5	Scénario d'endommagement et de dissipation des essais d'auto-échauffement	109
3.6	Bilan . . . . .	110

---

*Ce chapitre présente l'ensemble des résultats expérimentaux qui servent de base pour la caractérisation thermomécanique du matériau étudié. Les protocoles expérimentaux utilisés se basent sur le protocole d'auto-échauffement, qui cherche à relier les variations*

*de température mesurées sous chargements cycliques aux différentes sources thermiques intrinsèques du matériau.*

*Après une première section d'introduction suit la description des techniques d'analyse des données expérimentales obtenues par thermométrie infrarouge. Ces dernières comprennent une technique de compensation de mouvement ainsi que la génération de différentes cartographies à partir des champs de température expérimentaux. L'objectif est de collecter le maximum d'informations pertinentes permettant de guider l'interprétation des résultats. La présentation de chaque technique comprend l'état de l'art suivi par une description détaillée de la méthode adoptée.*

*La troisième section présente les analyses des courbes d'auto-échauffement qui sont complétées par des mesures par émission acoustique. Le couplage de ces deux techniques accompagné par une caractérisation mécanique se montre adapté pour la description de la réponse thermomécanique de ce type de matériau à l'échelle globale de l'éprouvette.*

*L'avant-dernière section présente les analyses des cartographies réalisées à l'échelle macro- et mésoscopique. En effet, il a été montré que le caractère local de la signature thermique nécessite des post-traitements adaptés afin de garantir la bonne interprétation des résultats expérimentaux. Ces interprétations permettent ensuite d'établir un scénario d'endommagement associé aux essais d'auto-échauffement et d'identifier les mécanismes de dissipation activés sous chargements cycliques.*

### **3.1 Introduction**

L'objectif principal de la caractérisation thermomécanique vise en général la quantification des effets thermiques liés aux processus de déformation. Les premières observations se concentraient sur les effets thermoélastiques qui sont provoqués par des variations de volume associées aux déformations réversibles [68, 69]. Pour les matériaux isotropes, ces variations de température donnent accès, sous l'hypothèse d'adiabaticité, aux variations du premier invariant du tenseur des contraintes (déformations). La technique standardisée qui exploite ces phénomènes est connue sous le nom de « Thermal Stress Analysis ». Cette dernière est couramment utilisée dans les domaines de mécanique de la rupture, suivi des endommagements ou analyse des contraintes résiduelles. Sharpe propose un bilan de cette technique dans [70].

La description des effets thermiques associés aux transformations irréversibles est un autre domaine d'étude très largement documenté dans la littérature. Ces transformations sont liées aux comportements des matériaux viscoélastiques, plastiques, endommageables, etc. L'investigation des effets thermiques accompagnant ces phénomènes est récemment souvent motivée par des applications qui cherchent à accélérer la description des propriétés en fatigue. La modélisation des sources de chaleur, qui sont à l'origine des variations thermiques, s'appuie généralement sur le cadre de la thermodynamique des milieux continus [71]. Parmi les différentes approches qui peuvent être adoptées, il convient de citer le protocole d'auto-échauffement qui se trouve au cœur de cette étude. L'objectif de ce protocole consiste à identifier les sources thermiques liées aux variations de la température mesurées sous chargements cycliques. Bien que les premières applications de ce protocole se soient concentrées sur des matériaux métal-

liques [72, 73], le protocole a été progressivement adapté à d'autres types de matériaux tels que des élastomères [74, 75] ou des thermoplastiques renforcés par fibres courtes [76-78]. Dans ce contexte, cette étude examine la possibilité d'appliquer ce protocole aux composites tissés. Les sections suivantes présentent les particularités liées à son utilisation sur ce type de matériaux.

## 3.2 Analyse des champs de température

Cette section présente l'ensemble des analyses des champs de température employés dans cette étude. L'objectif est d'extraire le maximum d'informations pertinentes qui peuvent servir à la caractérisation du comportement thermomécanique du matériau étudié.

### 3.2.1 Compensation de mouvements

Le cadre thermodynamique adopté postule que l'état thermodynamique d'un milieu matériel est défini par la connaissance des valeurs d'un certain nombre de variables qui ne dépendent que du point considéré [71]. Il en résulte que les post-traitements pixel-à-pixel présentés dans les sections suivantes doivent prendre en compte ce caractère local. Cependant, ce problème n'est pas trivial puisque cela suppose implicitement qu'un pixel et un point matériel sont confondus. Ce n'est pas le cas car l'éprouvette se déforme sous la contrainte appliquée tandis que la caméra est fixe [79]. Cet aspect est souvent négligé en faisant l'hypothèse que les déformations provoquées restent limitées et, de ce fait, les déplacements en résultant ne dépassent pas la taille d'un pixel. Néanmoins, quand les déformations subies deviennent importantes, une compensation de celles-ci peut se révéler indispensable, en particulier quand les champs de température observés sont hétérogènes.

Pour s'affranchir de ce problème, la transposition des résultats sur une géométrie fixe (p. ex. sur la géométrie initiale) peut être une solution. Toutefois, cette transposition nécessite la connaissance simultanée des champs de température et des champs de déplacements. Dans ce contexte, différents dispositifs utilisant simultanément la corrélation d'images numériques et la thermographie infrarouge ont été proposés dans la littérature. Quand les éprouvettes sont suffisamment fines pour pouvoir négliger les gradients dans l'épaisseur, les mesures de champs de température et de déplacements peuvent être effectuées sur les faces opposées [80, 81]. S'il s'avère souhaitable d'obtenir toutes ces mesures sur la même face, il est possible d'utiliser un miroir dichroïque pour séparer le rayonnement infrarouge du rayonnement visible et de les diriger vers une caméra CCD et une caméra infrarouge [82]. En s'appuyant sur un mouchetis spécifique, il est également possible de réaliser simultanément la mesure thermique et cinématique [83]. Cette technique exploite un mouchetis de haute émissivité qui permet, avec le post-traitement associé, d'obtenir les champs de déformation et de température à l'aide d'une seule caméra infrarouge. Néanmoins, il est à noter que la mise en place de toutes ces méthodes est assez complexe. Par ailleurs, leur principal objectif consiste à générer des bases de données riches permettant une description fine des propriétés thermomécaniques du matériau étudié plutôt que d'améliorer la précision des mesures

de température en compensant les déplacements subis. Or, un effet positif d'une telle compensation sur les résultats des analyses thermiques a été démontré dans Sakagami *et al.* [84]. Ce dernier présente une méthode en deux étapes, combinant la corrélation d'images numériques avec la thermographie infrarouge, qui a été utilisée pour améliorer la précision des champs de couplage thermoélastique (cf. section 3.2.3.2) et des champs à  $2 \times f$  (cf. section 3.2.4) calculés à partir des champs de température.

Quand l'acquisition des champs cinématiques reste compliquée, il est possible de se tourner vers des méthodes plus simples qui se basent sur des analyses des déplacements d'un ou plusieurs marqueurs. Une méthode analysant les déplacements de multiples points réfléchissants a été décrite dans Pottier *et al.* [79]. Celle-ci a été capable de suivre les variations de température de points matériels d'un matériau élastomère lorsque celui-ci était soumis à de grandes déformations. Une autre solution qui prend en compte uniquement les déplacements d'un seul marqueur a été présentée dans Urbanek et Bär [85]. Cette étude évalue l'effet de la compensation des mouvements de translation sur les cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée évaluées par les post-traitements des champs de température. Ainsi, bien que les méthodes décrites ci-dessus ne fournissent pas les champs cinématiques, elles peuvent augmenter la précision des analyses thermiques. Enfin, leur implémentation se montre considérablement plus simple que dans le cas des mesures de champs.

Le matériau investigué dans cette étude est considéré comme relativement raide, ce qui limite les déplacements subis lorsqu'il est sollicité. Quant au comportement, celui-ci se montre fortement hétérogène. Ce caractère hétérogène rend la mise en place des mesures de champs couplées problématique. À cet égard, il a été décidé d'adopter une technique de compensation de mouvements qui se base sur les analyses des déplacements de deux marqueurs de haute émissivité. La technique proposée représente une modification des approches présentées dans Pottier *et al.* [79] et Urbanek et Bär [85].

### 3.2.1.1 Méthode de compensation adoptée

Comme évoqué dans la section précédente, la méthode de compensation adoptée repose sur la détection des déplacements de marqueurs de haute émissivité. Dans un premier temps, il est nécessaire de définir la fenêtre contenant le marqueur et son voisinage. Ensuite, il faut choisir la fenêtre de référence qui correspond à un état non déformé. Par la suite, le déplacement relatif entre les images enregistrées et l'image de référence est calculé (avec une précision inférieure au pixel) en utilisant l'algorithme de cross-corrélation [86] disponible dans la librairie python scikit-image [87]. Il est à mentionner que la méthode proposée n'exige pas d'égalisation d'histogrammes préalable. Bien que les variations de température entraînent des variations du niveaux de gris, la méthode réussit quand même à calculer les déplacements recherchés.

### 3.2. Analyse des champs de température

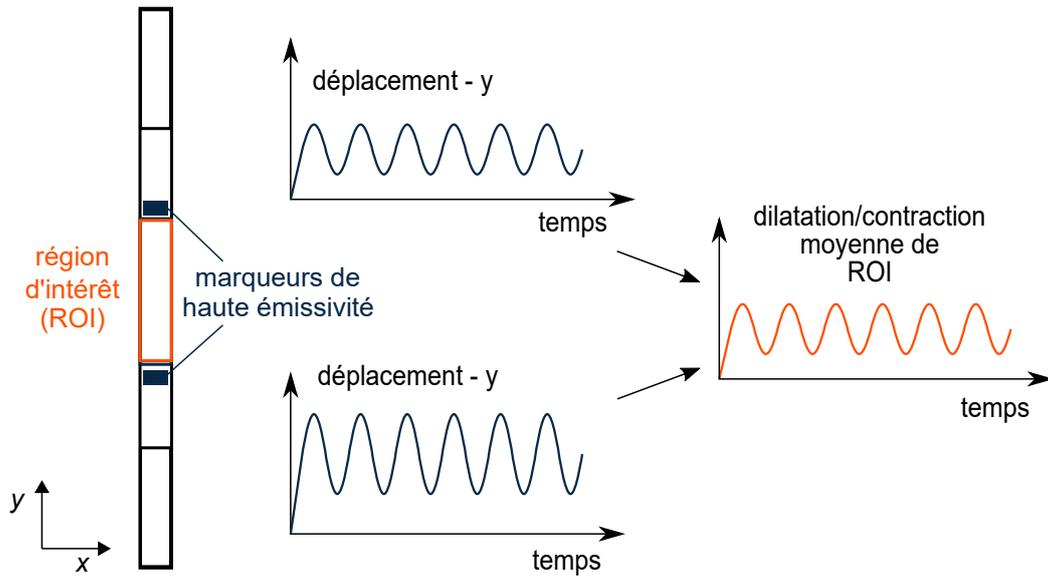


FIGURE 3.1 – Illustration de la méthode de compensation de mouvements adoptée pour les observations macroscopiques.

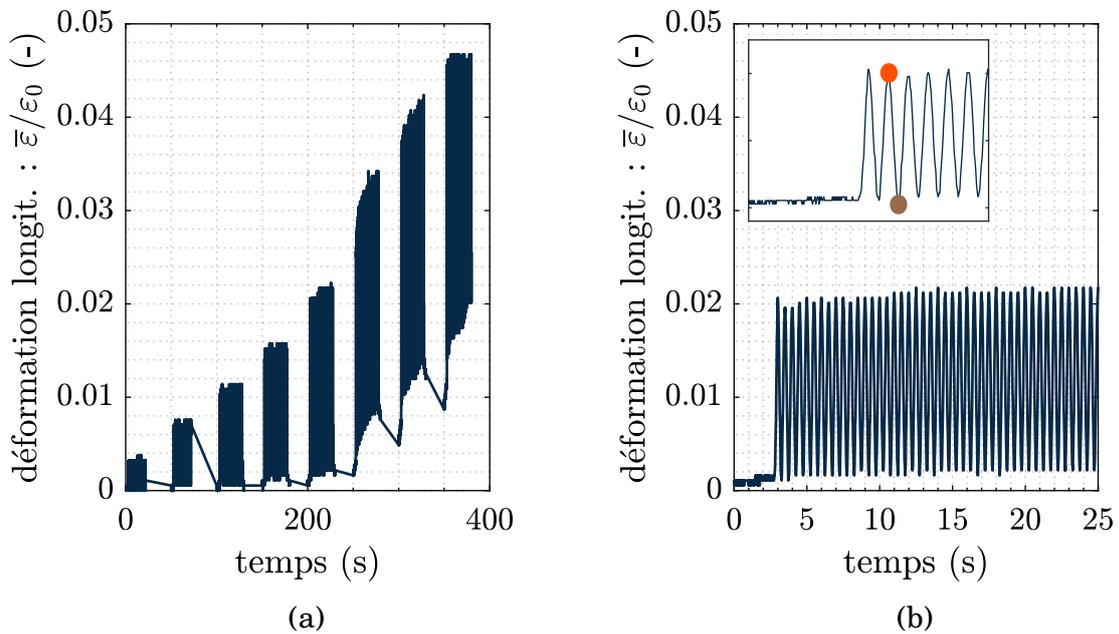


FIGURE 3.2 – Illustration des résultats obtenus au cours d'un essai d'auto-échauffement effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 : (a) déformation longitudinale moyenne normalisée calculée à partir des déplacements des marqueurs de haute émissivité, (b) détail de la déformation longitudinale moyenne normalisée obtenue durant le 5<sup>e</sup> palier sous l'amplitude de contrainte de 4.8 MPa/MPa.

### **Observations macroscopiques**

Les marqueurs de haute émissivité sont placés à l'extérieur de la région d'intérêt. En déterminant les déplacements de ces deux marqueurs, il est possible de compenser les translations longitudinales et transversales de la région d'intérêt ainsi que la dilatation (contraction) de sa hauteur originale. En outre, ces dilations (contractions) peuvent être interprétées comme une mesure de la déformation longitudinale moyenne cf. figure 3.1 et figure 3.2a). Il en ressort que l'analyse de ces déplacements peut fournir, par une voie indirecte, des informations sur la réponse mécanique globale du matériau (p. ex. l'évolution de la déformation résiduelle).

### **Observations mésoscopiques**

Comme la taille de la zone observée est considérablement réduite pour ce type d'observations, un seul marqueur est utilisé. La compensation du mouvement est, de ce fait, limitée uniquement aux translations. Toutefois, cette approche s'avère suffisante car les déplacements induits par les déformations sur la région observée restent négligeables.

#### **3.2.1.2 Illustration de l'effet de compensation**

La figure 3.3 montre les champs de différence de température obtenus sous chargements cycliques sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 (nomenclature présentée dans la partie Notations). L'objectif de cette visualisation est d'illustrer l'effet de la compensation à l'échelle macroscopique. La différence de température est produite par la soustraction du champs de température mesuré à la charge maximale du deuxième cycle (correspondant au point orange affiché sur la figure 3.2b) du champs de température mesuré à la fin du même cycle (point marron sur la figure 3.2b). Ces cartographies de différence de température ont été évaluées sans (figure 3.3a) et avec la compensation du mouvement (figure 3.3b). En comparant les résultats, il est possible de remarquer que les perturbations provoquées par les déplacements de l'éprouvette sont visibles uniquement sur le champ non-compensé. En outre, l'effet de la compensation devient notamment manifeste à proximité du marqueur situé en bas où les déplacements induits sont les plus importants. Il convient également de souligner l'influence de la compensation sur les résultats des zones à forts gradients (schématiquement mises en évidence sur la figure 3.3c). En ce qui concerne l'effet de la compensation sur la précision des post-traitements subséquents, celui-ci est illustré dans la section 3.2.3.2.

#### **3.2.1.3 Validation de la mesure de déformation à partir des déplacements des marqueurs**

Afin de valider les dilatations/contraction de la région d'intérêt comme une mesure de déformation longitudinale moyenne, un dispositif expérimental combinant la thermographie infrarouge avec la corrélation d'images numériques a été mis en place (cf. figure 3.4). La corrélation d'images numériques est généralement considérée comme une méthode standard de la caractérisation expérimentale des champs de déplacements et de déformations. Elle est ici utilisée pour valider/discriminer l'approche basée sur le suivi des marqueurs. Comme illustré sur la figure 3.4, la caméra infrarouge a été utilisée pour des observations de tranche tandis que la caméra CCD a observé la face de l'éprouvette.

### 3.2. Analyse des champs de température

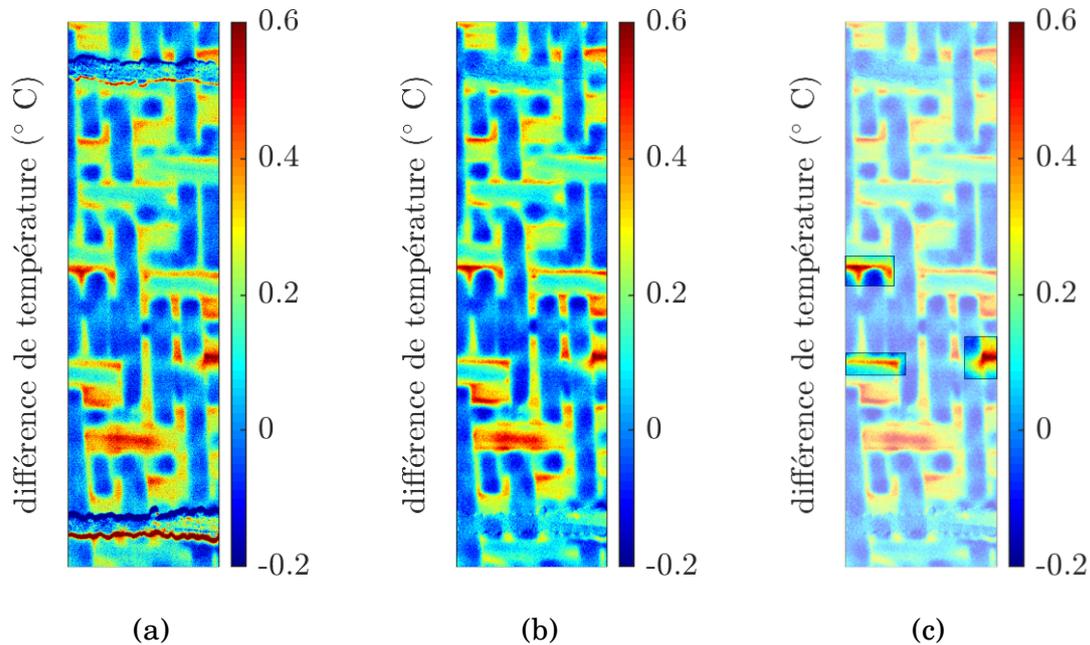


FIGURE 3.3 – Illustration de l’effet de compensation du mouvement sur l’éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 observée sur la face et sollicitée à une amplitude de contrainte de 4.8 MPa/MPa : (a) cartographie de différence de température obtenue sans compensation, (b) cartographie de différence de température obtenue avec compensation, (c) mise en évidence des zones à forts gradients.

Cela n’empêche pas de comparer les résultats obtenus par les deux techniques, puisqu’il est raisonnable de supposer que la valeur moyenne des déformations longitudinales évaluées sur la tranche ou sur la face sont identiques. Étant donné que la fréquence d’acquisition de la caméra utilisée était limitée à 2 Hz, la fréquence du chargement mécanique appliqué a été réduite à 0.2 Hz pour obtenir un nombre d’images suffisant durant le cycle mécanique complet. La déformation longitudinale est ensuite calculée à partir de la composante  $\varepsilon_{yy}$  moyenne sur la région d’intérêt.

La comparaison entre les évolutions obtenues est présentée sur la figure 3.5. Il est possible de constater une bonne corrélation entre les résultats donnés par les deux techniques : l’erreur relative maximale est inférieure à 5 %. De ce fait, la précision de la déformation calculée à partir du suivi des marqueurs est jugée comme suffisante et elle peut être utilisée pour enrichir les analyses de caractérisation thermomécanique.

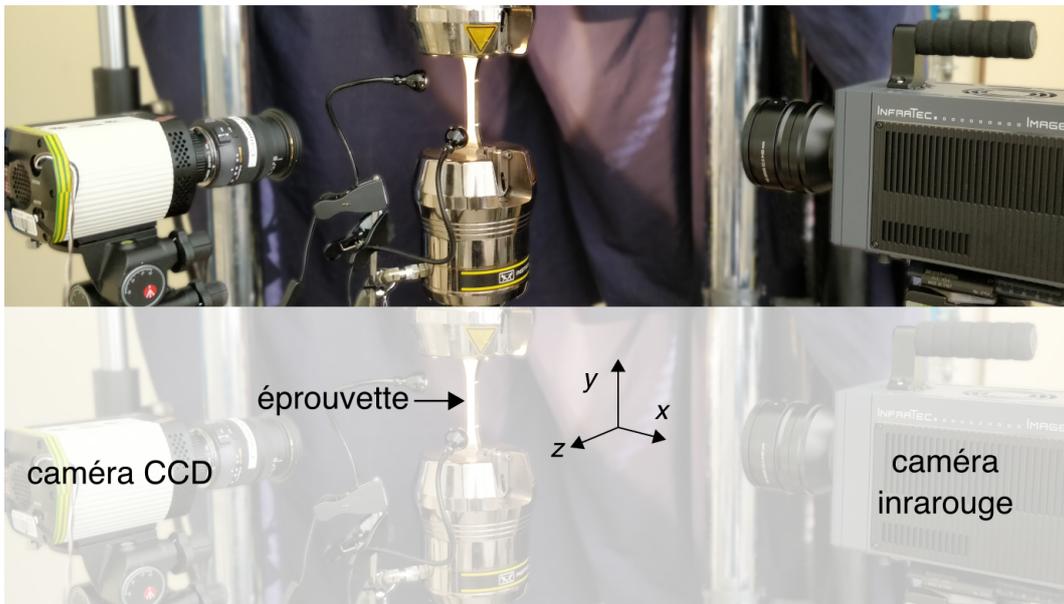


FIGURE 3.4 – Dispositif expérimental combinant la thermographie infrarouge avec la corrélation d’images numériques.

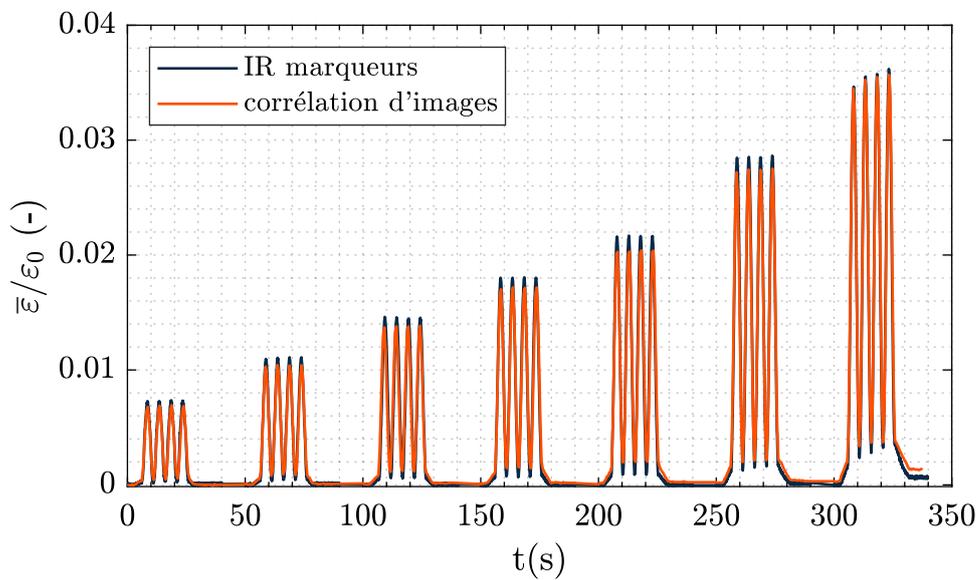


FIGURE 3.5 – Comparaison entre la déformation longitudinale calculée à partir du suivi des marqueurs ou des champs de déformations obtenus par la corrélation d’images numériques.

### 3.2.2 Détermination des termes sources à partir de l'équation de la chaleur

Bien que la température constitue un indicateur intéressant, celle-ci n'est pas une caractéristique intrinsèque au matériau. En effet, les variations de température dépendent, entre autres, de la géométrie de l'éprouvette, des conditions aux limites, etc. Néanmoins, les phénomènes qui sont à l'origine de ces variations sont, quant à eux, intrinsèques au matériau et peuvent être associés à différentes sources thermiques. Afin de déterminer ces sources thermiques, il est nécessaire de s'appuyer sur l'équation de la chaleur obtenue à partir des premier et second principes thermodynamique des processus irréversibles [88, 89]

$$\rho c_p \dot{T} + \text{div}(\vec{q}) = S_T \quad (3.1)$$

où  $\rho$  représente la masse volumique,  $c_p$  la chaleur spécifique,  $T$  la température,  $\vec{q}$  le flux de chaleur et  $S_T$  le terme regroupant les différents termes sources. Le cadre des matériaux standards généralisés permet ensuite de développer ce terme source de la manière suivante [88] :

$$S_T = \mathcal{D} + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.2)$$

avec  $\mathcal{D}$  la dissipation intrinsèque,  $r$  la source volumique de nature autre que mécanique,  $\Psi$  le potentiel de Helmholtz,  $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k$  les couplages thermomécaniques des variables internes  $V_k$ ,  $\underline{\varepsilon}^e$  le tenseur de déformations élastiques et  $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e$  le terme de couplage thermoélastique.

Maintenant que l'équation de la chaleur a été introduite, il s'avère possible de relier les termes sources aux variations de température mesurées expérimentalement par résolution explicite de cette équation. Cependant, la résolution de cette équation se révèle complexe. Les sections suivantes détaillent différentes stratégies de résolution proposées dans la littérature.

#### 3.2.2.1 Résolution spatiale

Avant de présenter les stratégies de résolution spatiale, il convient de réécrire l'équation de la chaleur en introduisant la loi de Fourier  $\vec{q} = -\lambda \text{grad}(T)$  :

$$\rho c_p \frac{\partial \theta}{\partial t} - \lambda \Delta \theta = S_T \quad (3.3)$$

où  $\theta = T - T_0$  représente la variation de température. Aux fins de la démonstration, la conductivité thermique sera ici supposée isotrope, entièrement décrite par le scalaire  $\lambda$ . Les mesures thermiques effectuées dans le cadre de ces travaux sont réalisées avec une caméra infrarouge. Celle-ci permet d'obtenir les champs de température surfaciques. Néanmoins, la résolution de l'équation de la chaleur nécessite la connaissance de la répartition de la température dans l'ensemble du volume étudié. Afin de pallier cette insuffisance liée à la description expérimentale, différentes hypothèses d'homogénéité spatiale du champ de température (schématiquement illustrées sur la figure 3.6) ont été

proposées [72, 90, 91]. Néanmoins, il est nécessaire de préciser que ces simplifications concernant le terme « fuites thermiques » font l'hypothèse que la température ambiante  $T_\infty$  reste constante et que celle-ci est égale à la température initiale de l'éprouvette  $T_0 = T_\infty$ .

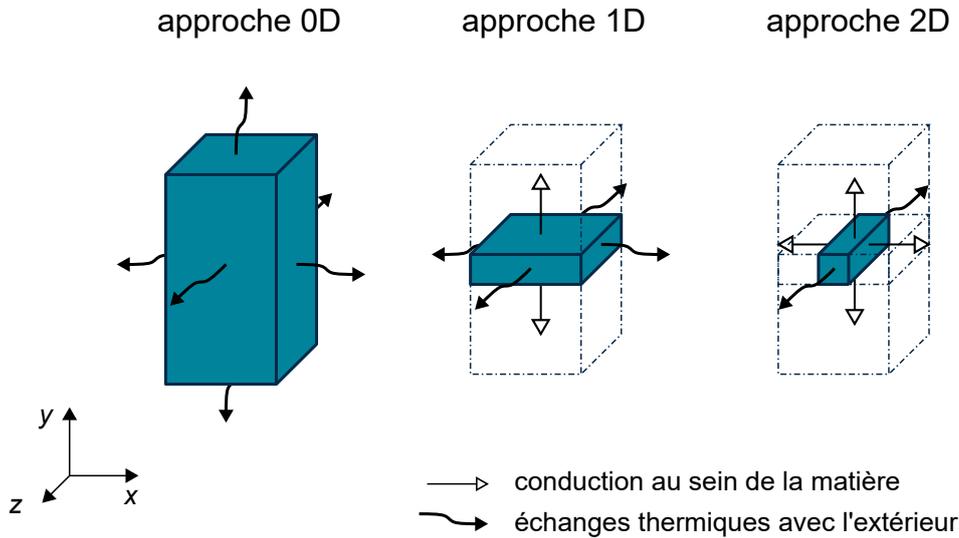


FIGURE 3.6 – Résolution spatiale de l'équation de la chaleur. Image inspirée de [91].

*Approche 0D.* Seule la température moyenne du volume étudié est considérée. Cette moyenne est obtenue sur la fenêtre d'observation de la caméra infrarouge en faisant l'hypothèse que la température mesurée en surface est représentative de la température dans l'épaisseur de l'éprouvette en moyenne. L'ensemble des pertes est dû aux échanges convectifs avec l'extérieur. L'équation de la chaleur s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\rho c_p \dot{\theta} - \rho c_p \frac{\theta}{\tau_{\text{eq}}} = S_t \quad (3.4)$$

où  $\tau_{\text{eq}}$  est le temps caractéristique du problème étudié.

*Approche 1D.* Seule la température moyenne de la section est considérée. Aux pertes par les faces latérales (dans les directions  $x$  et  $z$  selon la figure 3.6) s'ajoutent les pertes par conduction suivant la direction  $y$ . L'équation de la chaleur prend ainsi la forme suivante :

$$\rho c_p \dot{\theta} + \lambda \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{1}{\tau_{\text{eq}}} \theta = S_t \quad (3.5)$$

avec  $\tau_{\text{eq}}$  le temps caractéristique du problème étudié.

*Approche 2D.* Seule la moyenne de la température suivant l'épaisseur est considérée. Les pertes par conduction au sein du matériau se font dans les directions  $x$  et  $y$  et les

### 3.2. Analyse des champs de température

pertes par échange thermique avec le milieu ambiant se font sur les faces latérales dans la direction  $z$ . L'équation de la chaleur s'écrit sous la forme :

$$\rho c_p \dot{\theta} - \lambda \left( \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right) + \frac{1}{\tau_{eq}} \theta = S_t \quad (3.6)$$

avec  $\tau_{eq}$  le temps caractéristique du problème étudié.

Enfin, il convient de préciser que la convection interne est classiquement négligée [32, 92, 93], ce qui simplifie la dérivée temporelle de la température :

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} = \frac{\partial T}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad}(T) \simeq \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3.7)$$

ainsi que la dérivée temporelle de la variation de température :

$$\dot{\theta} \simeq \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (3.8)$$

#### 3.2.2.2 Résolution temporelle

Quand on s'intéresse à la résolution temporelle de l'équation de la chaleur, deux approches peuvent être trouvées classiquement dans la littérature : approche en régime transitoire ou en régime stationnaire.

*Régime transitoire.* Ce type d'analyse vise à exploiter le régime transitoire qui se produit dans les premiers instants de variation de la température. L'objectif est de mesurer la vitesse initiale de la variation de température sur une durée négligeable devant le temps caractéristique du problème thermique [32, 33, 75]. Ceci permet de faire l'hypothèse que, pour les échelles de temps considérées, il n'y a aucun transfert de chaleur (adiabaticité). De ce fait, il est possible de négliger le terme de conduction ainsi que les échanges avec l'extérieur. L'équation de la chaleur peut ensuite se réécrire sous la forme :

$$\rho c_p \frac{\partial \theta}{\partial t} \Big|_{t \rightarrow t_0} = \mathcal{D} + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.9)$$

*Régime stationnaire.* Les stratégies analysant le régime stationnaire présentées dans la littérature peuvent être divisées en deux catégories. La première cherche à identifier les termes sources numériquement sans avoir besoin de postuler la forme des champs de source au préalable. Afin d'identifier ces champs de source, les méthodes peuvent se baser sur un signal lissé [90, 94], utiliser des fonctions d'approximation [95] ou effectuer une décomposition de Fourier [72]. La deuxième catégorie postule la forme du champ de source. Ces champs de source peuvent être ensuite identifiés en comparant les résultats expérimentaux et analytiques [96] ou numériques [97]. En outre, en adoptant une approche de type 0D, il est possible de décrire l'ensemble des échanges thermiques par un temps caractéristique du problème étudié  $\tau_{eq}$ . Grâce à cette simplification, la résolution temporelle se limite à la résolution temporelle de l'équation suivante

$$\rho c_p \dot{\theta} + \rho c_p \frac{\theta}{\tau_{eq}} = \mathcal{D} + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.10)$$

Cette forme est souvent utilisée dans la littérature [33, 91, 93]. Cependant, il est nécessaire de rappeler que cette équation est valable seulement si la température ambiante n'évolue pas au cours de l'intervalle d'étude. Afin que cette hypothèse soit respectée, il est nécessaire d'apporter un soin particulier aux conditions d'essais.

### 3.2.3 Génération de cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée

#### 3.2.3.1 Simplification de l'équation de la chaleur

Il a été décidé de résoudre l'équation de la chaleur 3.1 en régime transitoire. Afin de pouvoir présenter les résultats sous la forme des cartographies, la résolution sera appliquée aux champs de température, ce qui donne accès à une photographie 2D des termes sources. Les termes sources investigués dans cette étude représentent le couplage thermoélastique et l'énergie dissipée. Afin de pouvoir reconstruire les champs de ces derniers, il est nécessaire de les exprimer en fonction de l'évolution de la température mesurée. Cette expression exige une simplification du problème en émettant plusieurs hypothèses supplémentaires [92, 93] :

- $c_p$  et  $\rho$  sont indépendants de la température ;
- la source interne autre que mécanique  $r$  est constante dans le temps ;
- le seul couplage considéré est le couplage thermoélastique  $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e$ .

En adoptant ces hypothèses, il est possible de réécrire l'équation de la chaleur en régime transitoire sous la forme suivante :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial \theta}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} = \mathcal{D} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon} \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.11)$$

Pour pouvoir définir la dissipation intrinsèque de façon à ce qu'elle soit indépendante de la fréquence de sollicitation, l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\Delta^*$  est introduite. Cette définition nécessite que la dissipation intrinsèque moyenne par cycle reste constante d'un cycle à l'autre sur l'intervalle d'identification. Pour que cette hypothèse soit valable, il est nécessaire d'analyser la réponse cyclique à partir du premier cycle stabilisé au sens mécanique. La fréquence de chargement est ensuite introduite dans l'équation de la chaleur de la manière suivante [33, 75, 93] :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial \theta}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} = f \Delta^* + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon} \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.12)$$

#### 3.2.3.2 Reconstruction des champs

Pour la reconstruction des champs, une approche de type pixel-à-pixel mise en place par Leveuf *et al.* a été retenue [78]. Dans le cas des chargements cycliques uniaxiaux, l'équation 3.12 peut être réécrite comme [92, 93] :

$$\theta(t) = \frac{f}{\rho c_p} \Delta^* \cdot t + C_e \sin(f \cdot t + \varphi) \quad (3.13)$$

avec  $t$  le temps,  $\Delta^*$  l'énergie moyenne dissipée par cycle,  $C_e$  l'amplitude du couplage thermoélastique et  $\varphi$  le déphasage entre la sollicitation mécanique et le signal thermique. Comme indiqué ci-dessus, l'identification de la valeur de l'énergie dissipée et du couplage thermoélastique (schématiquement illustrée sur la figure 3.7) est effectuée pour chaque pixel de la région d'intérêt. L'intervalle d'identification commence à partir du 4<sup>e</sup> cycle respectant ainsi la condition de la stabilisation mécanique (observée à partir du 2<sup>e</sup> cycle). La durée de l'intervalle d'identification a été fixée à 4 s. Il est à souligner que les valeurs de temps caractéristiques associés au problème thermique ont été évaluées comme supérieures à 130 s (cf. annexe A). De ce fait, et car il n'y a pas de perte de linéarité forte sur les échelles de temps considérées (cf. figure 3.7), il est raisonnable d'assumer que l'hypothèse d'adiabaticité est, à l'échelle globale, respectée.

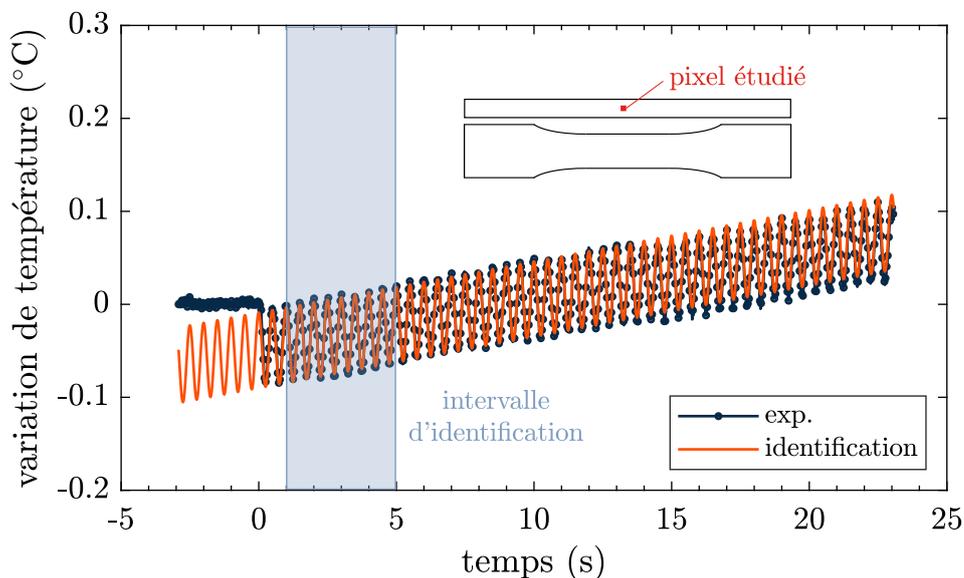


FIGURE 3.7 – Exemple d'identification de la valeur de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée d'un pixel situé dans la région d'intérêt. Image inspirée de [32]

Les figures 3.8 et 3.9 donnent des exemples de cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée obtenues avec et sans application de la méthode de compensation de mouvement présentée dans la section 3.2.1. Afin d'insister sur l'effet de cette compensation, les zones de marqueurs n'ont pas été rognées. En analysant les deux figures, on remarque peu de différences sur les cartographies d'énergie dissipée. Par contre les cartographies de couplage thermoélastique montrent des différences notables. Cette sensibilité accrue de la composante du couplage n'est pas surprenante car celle-ci varie bien plus rapidement, ici à une fréquence de 2 Hz, tandis que la valeur de l'énergie dissipée représente une moyenne sur tout l'intervalle d'identification. De ce fait, la cartographie d'énergie dissipée a tendance à être localement lissée par la diffusion. Il convient de préciser que les aspects liés à la diffusion ont été étudiés plus en détail en utilisant les paramètres thermiques équivalents identifiés dans la section 2.4. L'annexe B fait le bilan de ces résultats et formule les principales conclusions.

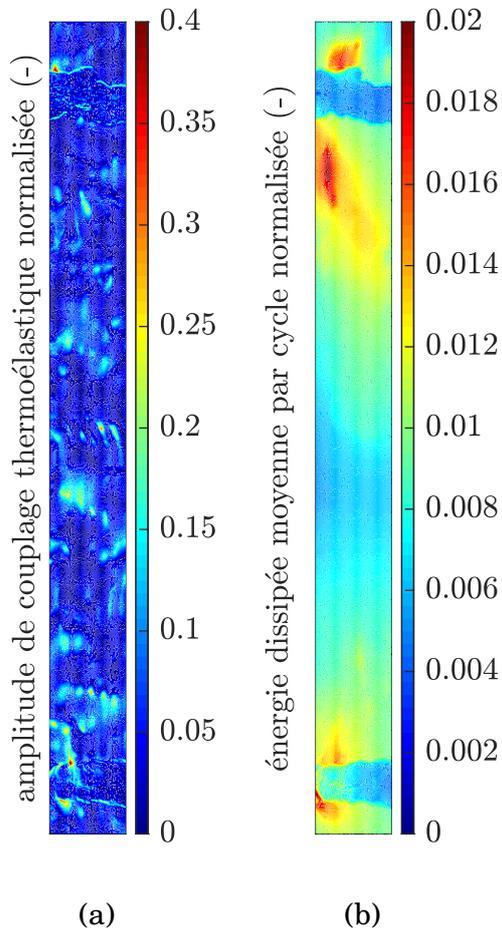


FIGURE 3.8 – Exemple de cartographies obtenues avec une technique de compensation de mouvement pour l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05 sollicitée à une amplitude de contrainte de 7.6 MPa/MPa avec une fréquence de 2 Hz : (a) amplitude de couplage thermoélastique, (b) énergie dissipée moyenne par cycle.

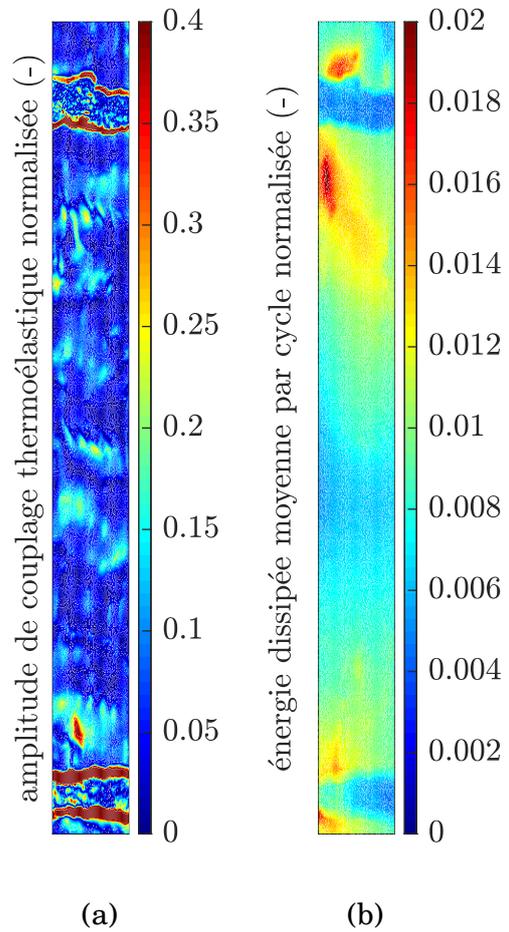


FIGURE 3.9 – Exemple de cartographies obtenues sans technique de compensation de mouvement pour l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05 sollicitée à une amplitude de contrainte de 7.6 MPa/MPa avec une fréquence de 2 Hz : (a) amplitude de couplage thermoélastique, (b) énergie dissipée moyenne par cycle.

### 3.2.4 Génération de cartographies des amplitudes à $2 \times f$

Les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$  sont une extension des cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée. Les analyses temps-fréquence, classiquement effectuées, se concentrent souvent sur la composante à  $2 \times f$ . Cette dernière donne accès à l'énergie dissipée liée à la plasticité des matériaux métalliques [85, 98, 99] ou des matériaux polymères [100] sollicités par des chargements cycliques. Bien que cette association des phénomènes physiques ne soit pas directement transposable aux matériaux composites tissés, ce type de post-traitement peut quand même constituer un atout important pour l'interprétation des résultats expérimentaux. La section suivante présente la démarche de reconstruction de ce type de cartographies.

#### 3.2.4.1 Démarche de reconstruction d'une cartographie des amplitudes à $2 \times f$

Comme dans le cas des cartographies d'énergie dissipée et de couplage thermoélastique, la démarche de reconstruction est de type pixel-à-pixel. Elle sera illustrée en utilisant les résultats expérimentaux du dernier palier d'un essai d'auto-échauffement classique (le protocole présenté en détail dans la section 3.3.1.1) réalisé sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05. Pour aider à l'interprétation, il convient de préciser que la fréquence de chargement était égale à  $f = 2$  Hz.

Le suivi de la température de chaque pixel, analysé sur l'intervalle d'identification de (0-3 s), peut être vu comme un signal discret. En particulier, il peut être transformé dans le domaine fréquentiel à l'aide de la transformation de Fourier discrète (*discrete Fourier transform, DFT*). La fréquence d'échantillonnage correspond à la fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge, fixée dans cette étude à 50 Hz (cf. section 2.2.5.2). Cette transformation permet de tracer le spectre d'amplitude pour chaque pixel. Cela donne des informations quant à l'importance relative des différentes composantes. Cette analyse est schématiquement illustrée sur la figure 3.10. Deux pixels différents localisés dans la zone d'intérêt sont analysés (cf. figure 3.10a). Leurs variations de température respectives, mesurées durant l'intervalle d'identification, sont tracées sur les figures 3.10b et 3.10d. Il en ressort que la température du pixel 1 oscille plus rapidement que celle du pixel 2. Cela est ensuite naturellement reflété sur les spectres d'amplitude affichés sur les figures 3.10c et 3.10e. Le spectre d'amplitude associé au pixel 2 montre 3 pics distincts. Le premier, et le plus important, se produit à 0 Hz. Celui-ci correspond à la moyenne de la variation de température mesurée sur la fenêtre temporelle. Les deuxième et troisième pics se produisent symétriquement à la fréquence d'acquisition à 2 Hz et à 48 Hz. Ces deux pics sont liés à la contribution du couplage thermoélastique. Comme cette dernière est liée à l'état de contrainte local, elle varie avec le chargement appliqué, dans ce cas à la fréquence de 2 Hz. En analysant le spectre associé au pixel 1, il est possible de remarquer que des pics apparaissent à 4 et 46 Hz, correspondent au double de la fréquence de chargement,  $2 \times f$ . Afin d'obtenir une vision globale, ces amplitudes à  $2 \times f$  sont calculées pour tous les pixels de la région d'intérêt et les résultats sont ensuite tracés sous la forme d'une cartographie (de manière analogue aux cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée) comme illustré sur la figure 3.11.

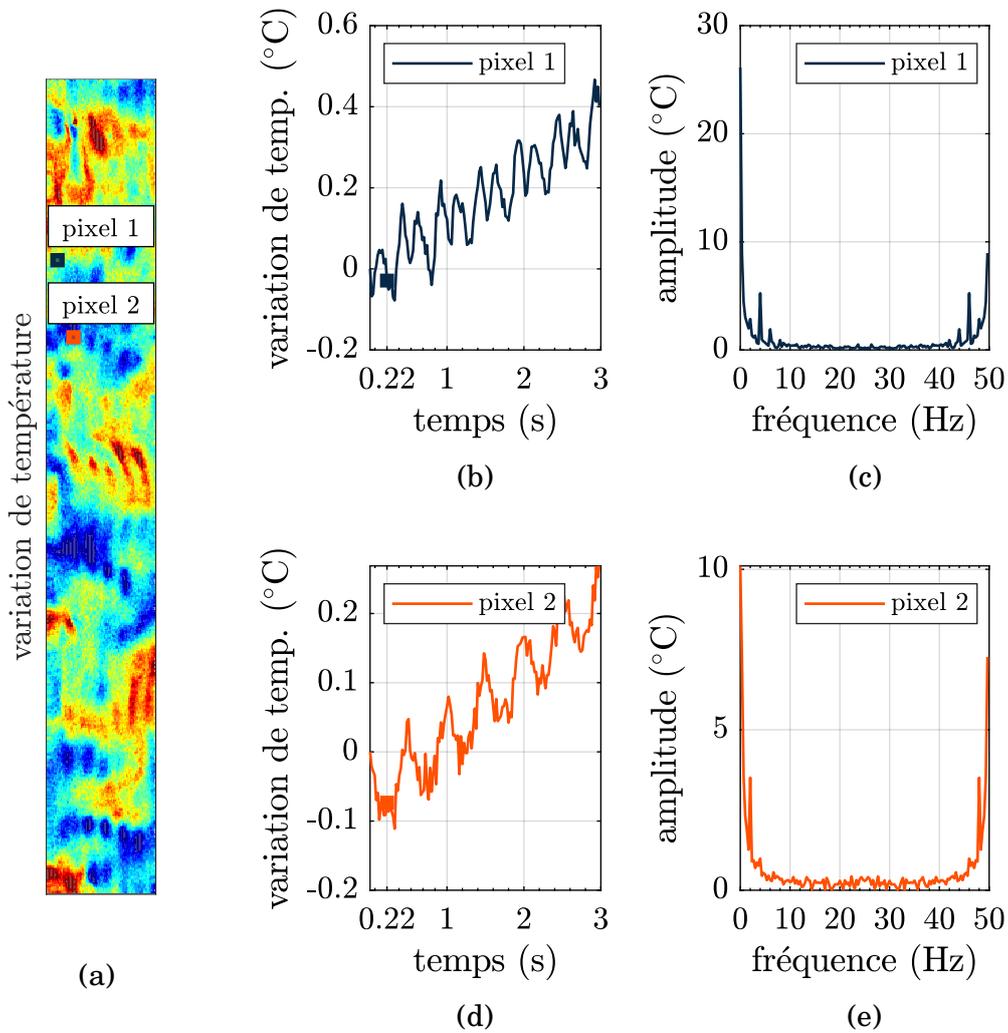


FIGURE 3.10 – Illustration de la variation de température obtenue pour l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05 sollicitée à une amplitude de contrainte de 7.6 MPa/MPa avec une fréquence de 2 Hz : (a) cartographie de variations de température à 0.22 s, (b), (d) variation de température du pixel 1 respectivement pixel 2, (c), (e) spectre d'amplitudes du pixel 1 respectivement pixel 2.

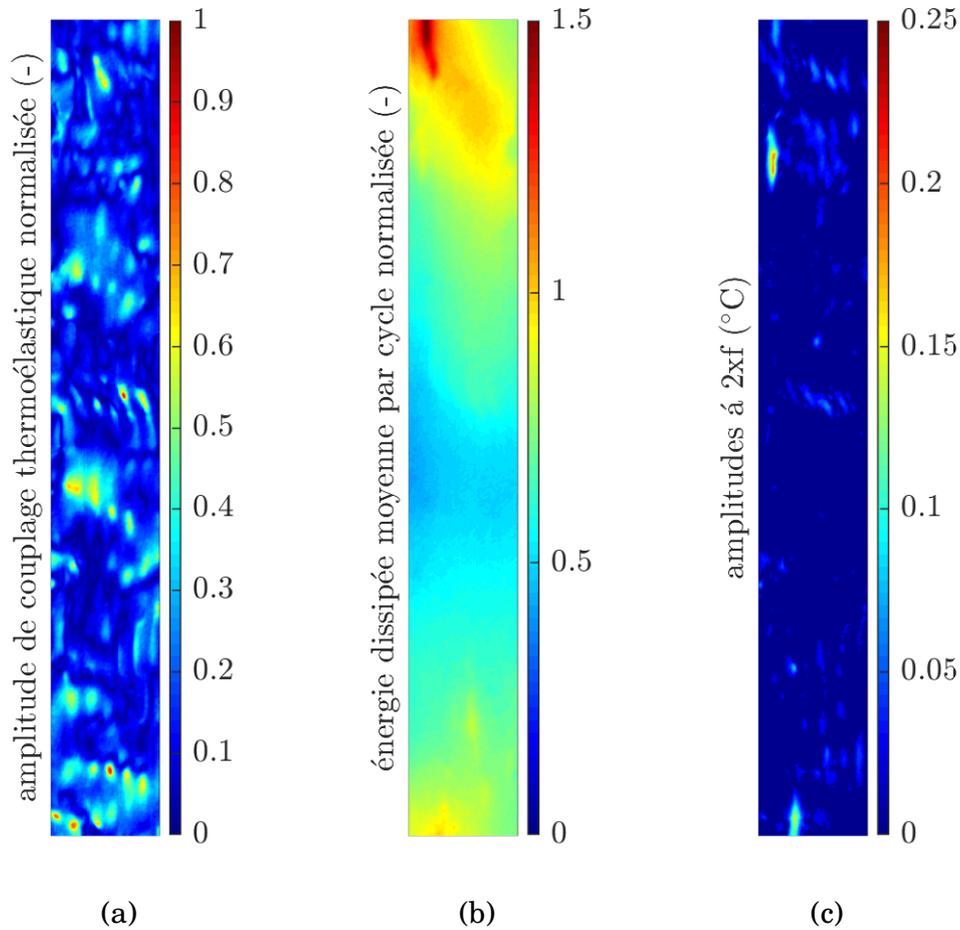


FIGURE 3.11 – Exemple de cartographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05 sollicitée à une fréquence de 2 Hz avec une amplitude de contrainte de 7.6 MPa/MPa : (a) cartographie de l'amplitude du couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) cartographie des amplitudes à  $2xf$ .

### 3.2.4.2 Interprétation des cartographies des amplitudes à $2 \times f$

Les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$  montrent leur intérêt dans la détection des frottements qui se produisent sous chargements cycliques. Bien que cette explication soit difficile à prouver par une méthode directe, plusieurs éléments de validation, qui supportent l'argumentation présentée ci-dessous, peuvent être consultés dans la section 3.4.4.2. Le phénomène de frottement peut être observé uniquement lorsque l'éprouvette a subi des contraintes importantes assurant un état d'endommagement avancé car les frottements peuvent être générés uniquement par des mouvements relatifs des surfaces d'une fissure. Quand l'éprouvette est soumise à un chargement mécanique, le champ de déformation local peut pousser les surfaces de la fissure l'une contre l'autre. La phase de déchargement doit alors inévitablement générer des mouvements relatifs dans la direction opposée. La dissipation, résultant des frottements induits, génère des

élevations de température. Puisque ces variations accompagnent la phase de charge ainsi que la phase de décharge de chaque cycle mécanique, il est raisonnable de supposer que l'amplitude prédominante est celle qui varie pour le double de la fréquence de sollicitation.

### 3.2.5 Détection d'événements thermiques

En analysant les champs de température, il est possible d'observer certaines singularités qui se produisent lorsque le matériau est sollicité. Ces singularités seront appelées, analogiquement au vocabulaire utilisé pour l'émission acoustique, des *événements thermiques*. Une illustration d'un tel événement est présentée sur la figure 3.12. Un événement thermique correspond à une brusque élévation de la température. Cependant, la zone affectée reste relativement petite. La durée de ces événements est limitée à quelques millisecondes. Ensuite, la chaleur libérée se diffuse rapidement et la zone affectée retrouve à nouveau l'équilibre thermique dynamique. Par ailleurs, la figure 3.12a met en évidence la diminution de l'amplitude de couplage thermoélastique qui est systématiquement provoquée par l'apparition de ces événements. Ce phénomène est considéré comme provoqué par des changements de la microstructure locale, discutés dans la section 3.2.5.4.

Afin de détecter les régions associées aux événements thermiques, deux protocoles spécifiques ont été mis en place [101]. Le premier repose sur un algorithme de seuillage qui cherche à repérer les pixels présentant une hausse de température significative (le seuil). Le deuxième se sert de la diminution de l'amplitude du couplage thermoélastique. Les deux protocoles sont illustrés dans les sections suivantes en utilisant les observations obtenues sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 sollicitée avec le protocole d'auto-échauffement classique (présenté en détail dans la section 3.3.1.1). Les résultats macroscopiques de cet essai sont présentés sur la figure 3.13.

#### 3.2.5.1 Technique de détection à seuil

Cette technique de détection repose sur les élévations de température locales. L'objectif est d'identifier tous les pixels dont l'augmentation de la température dépasse, entre deux images, un seuil donné. Bien évidemment, la valeur du seuil a une influence décisive sur les résultats obtenus. Quand le seuil défini est trop faible, l'algorithme peut détecter des pixels qui ne sont liés à aucun événement, surtout si la contrainte appliquée provoque des variations de température importantes. D'autre part, si le seuil appliqué est trop élevé, les événements de faible intensité seront négligés. Il est nécessaire de souligner que la différence de temps correspondant à deux images successives est égale à 0.02 s du fait que la fréquence d'acquisition a été maintenue constante (50 Hz) tout au long de l'étude (cf. section 2.2.5.2). Pour cette configuration donnée, la valeur optimale du seuil a été évaluée à 0.3 °C. La détermination de cette valeur se base sur des analyses paramétriques et la description du refroidissement à l'échelle mésoscopique (voir l'annexe C). Les résultats de la détection sont, en général, tracés sous la forme d'une cartographie binaire comme illustré sur la figure 3.16.

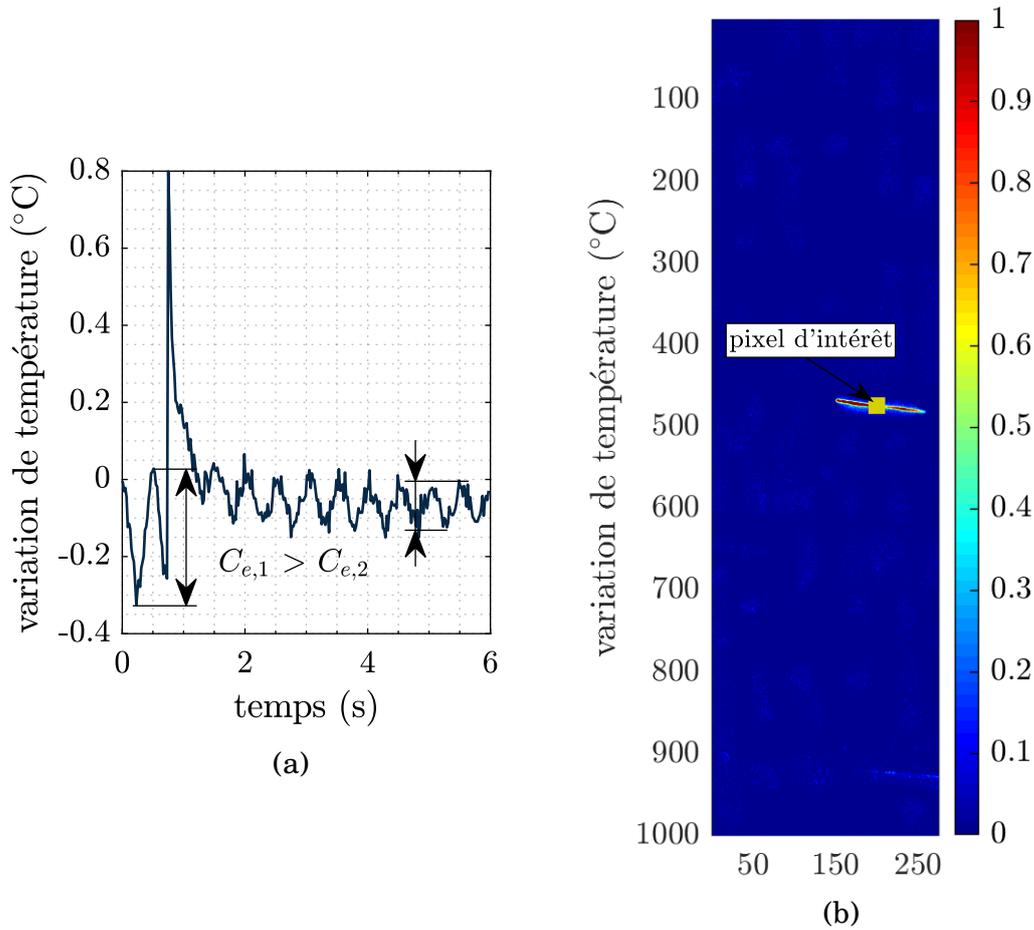


FIGURE 3.12 – Illustration d’un événement thermique observé sur la face de l’éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 : (a) évolution de la variation de température d’un pixel spécifique [200,475], (b) variation de température à 0.75 seconde.

### 3.2.5.2 Technique de détection de couplage thermoélastique

La contribution du couplage thermoélastique est, dans certaines conditions [92], proportionnelle à l’état de contrainte local. Il est alors raisonnable de supposer que l’amplitude de couplage thermoélastique identifiée durant chaque palier demeure proportionnelle à l’amplitude de contrainte appliquée tant que le comportement du matériau reste majoritairement élastique. À l’échelle macroscopique, ce phénomène peut être observé sur le début de la courbe de couplage thermoélastique qui montre une croissance linéaire (cf. figure 3.13b). Cette linéarité est exploitée afin de détecter des événements à l’échelle locale. Deux cartographies de couplage thermoélastique doivent, au moins, être fournies pour pouvoir détecter les événements qui sont apparus entre leurs fenêtres temporelles respectives. La démarche sera illustrée sur le troisième ( $\sigma_A = 2.8 \text{ MPa/MPa}$ ) et quatrième ( $\sigma_A = 3.8 \text{ MPa/MPa}$ ) palier de l’essai d’auto-échauffement considéré (cf. figure 3.13). La démarche se divise en trois étapes :

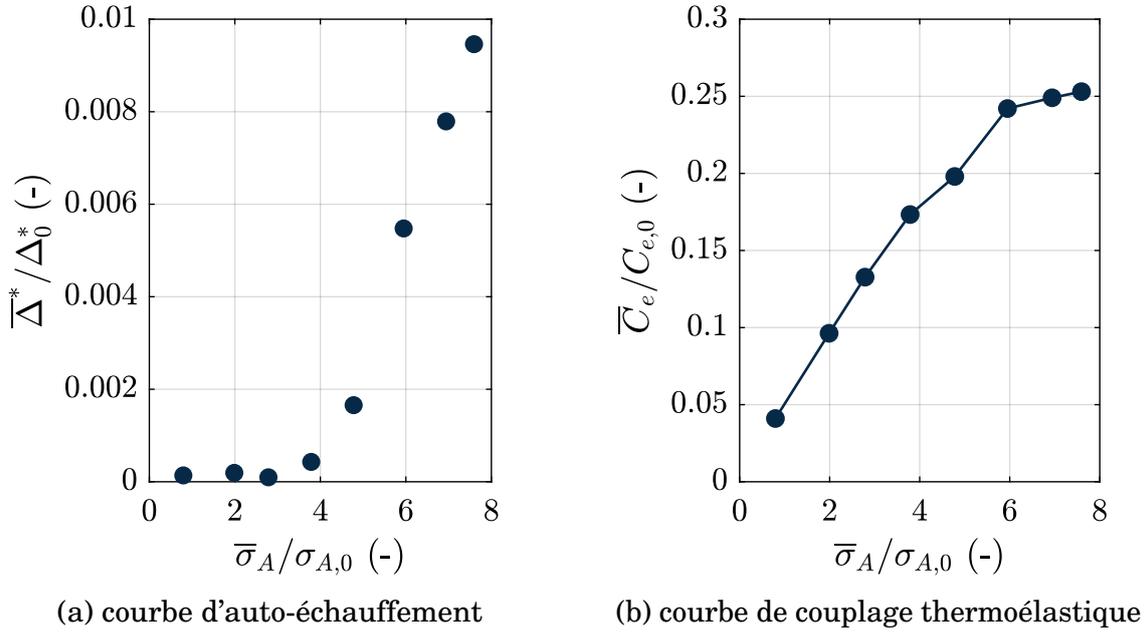


FIGURE 3.13 – Résultats macroscopiques obtenus sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 utilisée pour l'illustration des protocoles de détection d'événements thermiques.

*Étape 1 (schématiquement illustrée sur la figure 3.14) :* La cartographie de couplage évaluée pour le troisième bloc de chargement, qui correspond à une amplitude de contrainte de 2.8 MPa/MPa, est prise comme la référence. Afin d'obtenir une cartographie théorique associée à l'amplitude de contrainte de 3.8 MPa/MPa, qui est appliquée durant le quatrième palier, la valeur de chaque pixel est multipliée par le ratio  $\sigma_{A,4}/\sigma_{A,3} = 3.8/2.8$ .

*Étape 2 (schématiquement illustrée sur la figure 3.15) :* Afin de mettre en relief les irrégularités, la cartographie théorique est soustraite de la cartographie obtenue expérimentalement. Deux régions apparaissent sur la cartographie de différence.

*Étape 3 :* La dernière étape consiste en la segmentation de ces deux régions manifestant une valeur négative. L'algorithme utilisé dans cette étude est basé sur la « marche aléatoire » [102], disponible dans le module scikit-image [87]. Néanmoins il faut souligner que d'autres méthodes peuvent être adaptées à cette fin.

Les résultats de détection sont présentés sous la forme d'une cartographie binaire sur la figure 3.17d. Il est possible de distinguer deux régions affectées par l'apparition d'événements thermiques. Il faut souligner que l'intervalle de détection est naturellement déterminé par les intervalles d'identification définis pour l'évaluation des cartographies de couplage thermoélastique. Dans l'exemple présenté ci-dessus, les événements détectés sont apparus après la fin du troisième et avant le début du quatrième intervalle d'identification.

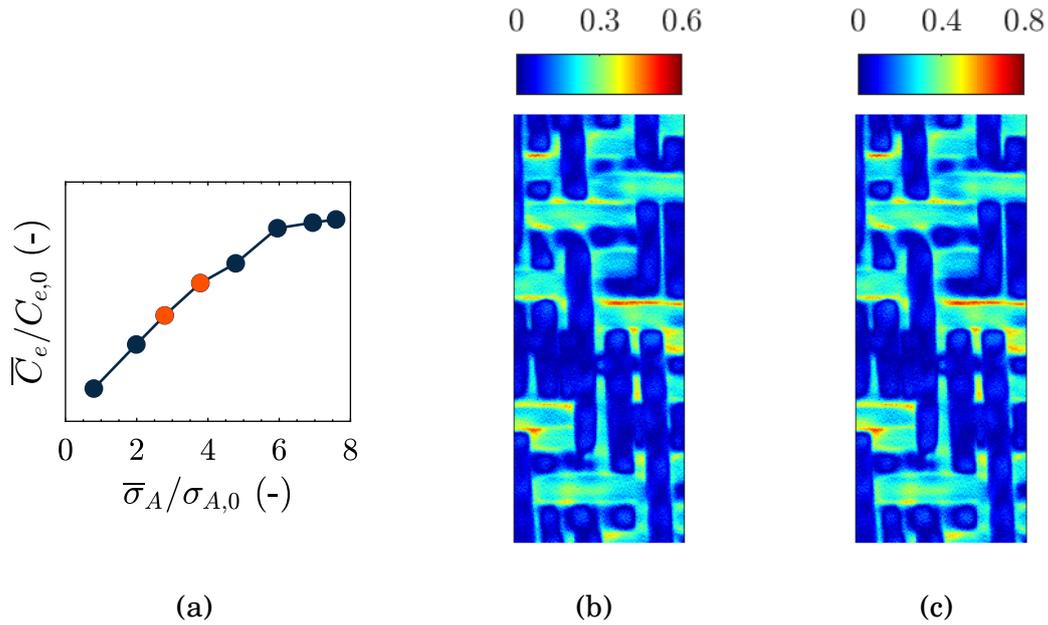


FIGURE 3.14 – Illustration de l'étape 1 : (a) paliers utilisé pour la détection, (b) cartographie de couplage thermoélastique obtenue expérimentalement à 2.8 MPa/MPa (c) cartographie théorique calculée pour l'amplitude de contrainte de 3.8 MPa/MPa.

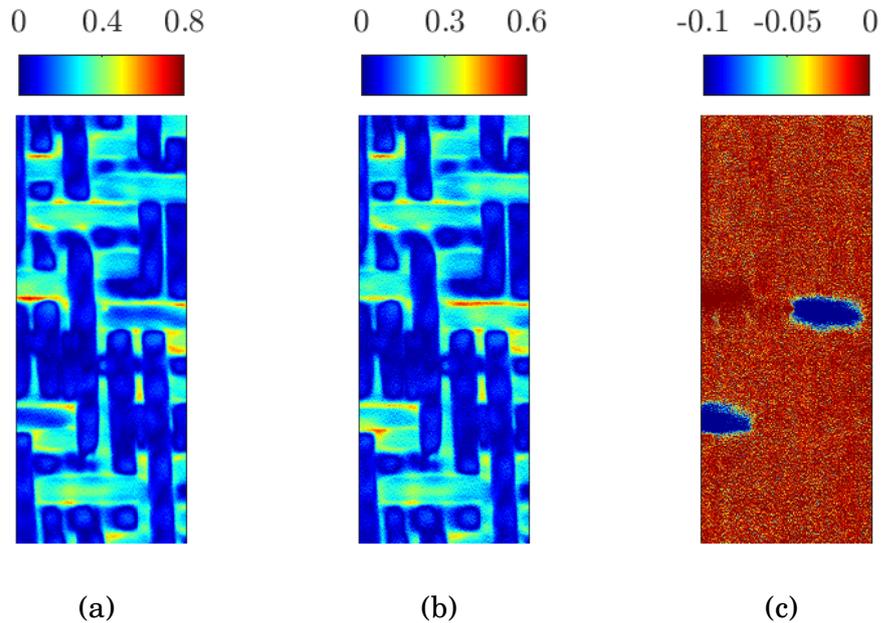


FIGURE 3.15 – Illustration de l'étape 2 : (a) cartographie de couplage thermoélastique obtenue expérimentalement à 3.8 MPa/MPa, (b) cartographie théorique calculée pour l'amplitude de contrainte de 3.8 MPa/MPa (c) cartographie de différence de couplage calculée pour l'amplitude de contrainte de 3.8 MPa/MPa.

### 3.2.5.3 Comparaison critique des deux méthodes

Afin de pouvoir discuter des performances des deux méthodes de détection, les événements obtenus durant les différents paliers de l'essai d'auto-échauffement considéré (cf. figure 3.13) ont été tracés sur les figures 3.16 et 3.17. Il est à noter que les résultats sont tracés d'une manière cumulée, c-à-d. que chaque cartographie regroupe tous les événements détectés jusqu'au palier actuel. On constate que les premières régions détectées ressemblent à des ellipses orientées horizontalement. Par la suite, pour les amplitudes de contrainte supérieures à 6 MPa/MPa, les régions orientées verticalement deviennent de plus en plus nombreuses. En outre, il est possible de remarquer que les événements n'apparaissent pas nécessairement pendant le même palier pour les deux techniques. Néanmoins, cela est possible car les fenêtres temporelles associées à ces deux techniques sont différentes. D'une manière globale, il est possible de constater une corrélation probante jusqu'à l'amplitude de contrainte de 6 MPa/MPa. Pour les valeurs d'amplitude de contrainte plus élevées, les deux méthodes donnent des résultats légèrement différents. La forme des événements détectés est comparable, toutefois la technique de détection basée sur le couplage thermoélastique surestime systématiquement la taille de la zone détectée à cause des effets de diffusion.

Bien que la technique de détection à seuil soit coûteuse en temps, elle constitue une technique de détection robuste. Étant donné que l'identification se fait sur un intervalle court (0.02 s), le flou causé par la diffusion reste minimale. De ce fait, la description de la forme de la zone affectée est plus précise. Cependant, il est nécessaire de rappeler que les résultats dépendent fortement de la valeur du seuil qui peut varier en fonction des conditions expérimentales (matériau étudié, type de chargement, fréquence d'acquisition, etc.).

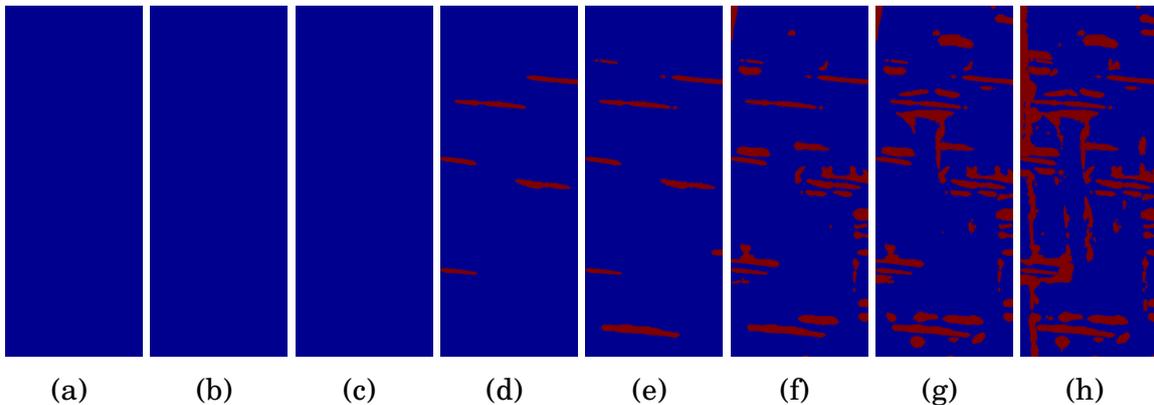


FIGURE 3.16 – Illustration de résultats obtenus avec la technique de détection à seuil sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 : (a) 0.8 MPa/MPa, (b) 2 MPa/MPa, (c) 2.8 MPa/MPa, (d) 3.8 MPa/MPa, (e) 4.8 MPa/MPa, (f) 6 MPa/MPa, (g) 7 MPa/MPa, (h) 7.6 MPa/MPa.

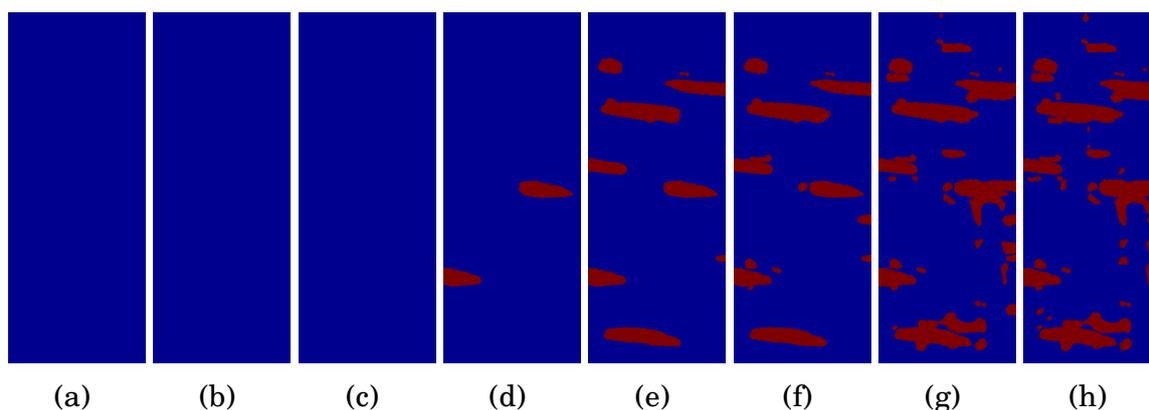


FIGURE 3.17 – Illustration de résultats obtenus avec la technique de détection de couplage thermoélastique sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 : (a) 0.8 MPa/MPa, (b) 2 MPa/MPa, (c) 2.8 MPa/MPa, (d) 3.8 MPa/MPa, (e) 4.8 MPa/MPa, (f) 6 MPa/MPa, (g) 7 MPa/MPa, (h) 7.6 MPa/MPa.

L'avantage de la technique de détection de couplage thermoélastique réside dans son efficacité puisque celle-ci n'exige pas d'analyser toutes les images enregistrées. En outre, comme la méthode n'analyse pas les variations de température, elle arrive à détecter des événements d'une faible intensité qui provoquent des élévations de température inférieures à  $0.3^{\circ}\text{C}$ . Néanmoins, il faut souligner qu'une détection correcte nécessite l'utilisation d'une technique de compensation de mouvement afin d'assurer la bonne superposition des cartographies de couplage utilisées en entrée.

Après avoir présenté les avantages et les inconvénients, il est possible de conclure qu'afin de minimiser l'erreur de détection, les deux techniques devraient être utilisées simultanément comme illustre la section suivante.

#### 3.2.5.4 Lien avec la microstructure

La création des événements thermiques est supposée être liée à l'apparition de fissures. Afin de confirmer cette hypothèse, plusieurs observations surfaciques ont été effectuées à l'aide du microscope optique. Celles-ci se sont focalisées sur la face ainsi que sur la tranche des éprouvettes non peintes et elles ont systématiquement montré que les endroits mis en évidence par les méthodes de détection sont liés à la création d'endommagements. Pour illustrer ce phénomène, des observations réalisées à posteriori sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-08, sollicitée avec des chargements cycliques, sont affichées sur les figure 3.18 et 3.19. Il convient de préciser que les méthodes de détection sont utilisables même si l'éprouvette n'est pas peinte puisque les élévations de la température associées aux événements ainsi que les diminutions de l'amplitude de couplage provoquées sont suffisamment importantes.

La figure 3.18 présente les résultats obtenus pour un chargement cyclique d'une amplitude de contrainte de 3 MPa/MPa. Les observations au microscope confirment la présence des fissures situées dans les endroits mis en évidence. Il convient de noter

que les événements ont été détectés uniquement avec le protocole basé sur le couplage thermoélastique. En effet, il a été vérifié que, pour ce chargement, ces événements sont d'une faible intensité et provoquent des élévations de température inférieures à  $0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Par conséquent, ces deux techniques devraient être considérées comme complémentaires plutôt que concurrentielles et leur utilisation simultanée devrait être systématique. La figure 3.19 ajoute les événements détectés durant un chargement cyclique à l'amplitude de contrainte de  $4\text{ MPa/MPa}$ . Dans ce cas, les deux techniques donnent les mêmes résultats. Les observations surfaciques révèlent, à nouveau, un développement d'endommagement qui confirme le lien entre les événements thermiques et l'apparition des fissures.

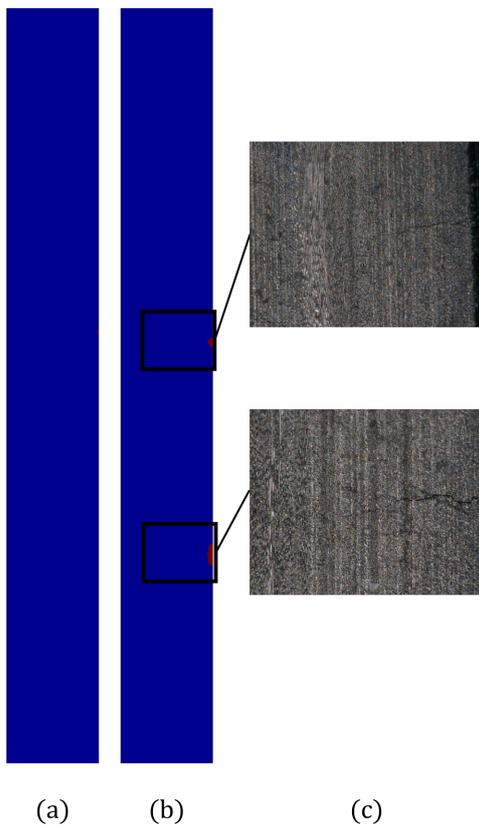


FIGURE 3.18 – Endommagements détectés sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-08 sollicitée par 50 cycles à une amplitude de contrainte de  $3\text{ MPa/MPa}$  : (a) résultats de la détection à seuil, (b) résultats de la détection de couplage thermoélastique, (c) endommagements observés.

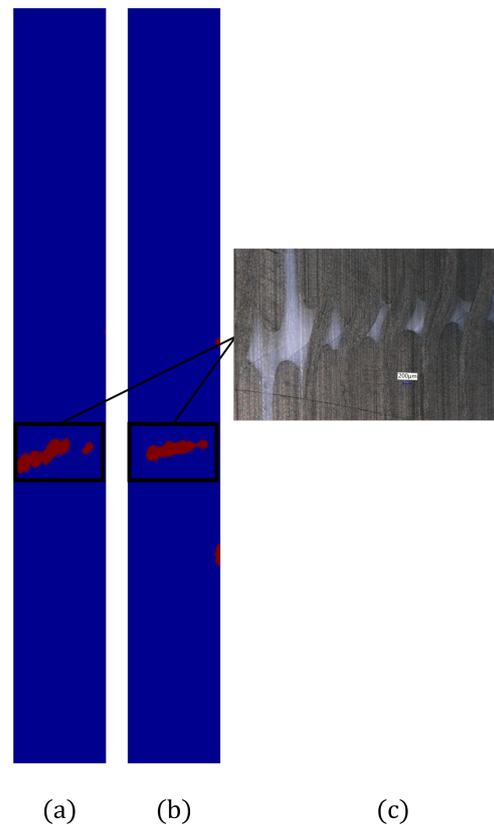


FIGURE 3.19 – Endommagements détectés sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-08 sollicitée par 50 cycles à une amplitude de contrainte de  $4\text{ MPa/MPa}$  : (a) résultats de la détection à seuil, (b) résultats de la détection de couplage thermoélastique, (c) endommagements observés.

### 3.3 Analyse des courbes d'auto-échauffement

La courbe d'auto-échauffement relie en général l'énergie dissipée moyenne par cycle à une grandeur mécanique (amplitude de contrainte, amplitude de déformation, etc.). Quand on s'intéresse aux stratégies d'obtention d'une courbe d'auto-échauffement proposées dans la littérature, on constate deux approches. On distingue d'une part les approches globales qui consistent à évaluer l'énergie dissipée en prenant en compte l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette [32, 75, 103]. D'autre part, on distingue les approches dites locales qui se concentrent plutôt sur des surfaces relativement petites ayant une température plus élevée que son voisinage qui sont considérées comme des zones d'initiation précédant une fissuration brutale qui conduit à la rupture de l'éprouvette [33]. En outre, en considérant l'énergie dissipée locale, Serrano [33] a montré qu'il existe une différence entre les courbes d'auto-échauffement obtenues par des analyses globales et locales et que cette différence a tendance à s'accroître pour des chargements plus importants.

Étant donné que l'échelle d'analyse des courbes d'auto-échauffement dans cette étude correspond à l'échelle de l'éprouvette, il a été décidé de s'appuyer sur une stratégie globale. Les analyses locales, via la mesure de champs, se montrent cependant indispensables pour la compréhension du comportement thermomécanique. Les résultats de ces analyses, qui complètent la vision globale, sont présentés dans la section 3.4.

#### 3.3.1 Principe

La démarche de reconstruction des courbes d'auto-échauffement adoptée est celle proposée par Leveuf [32] qui s'appuie sur une analyse en régime transitoire, appliquée aux champs de température. Dans un premier temps, il est nécessaire de détailler le protocole mécanique associé.

##### 3.3.1.1 Protocoles mécaniques

Les protocoles mécaniques (cf. figure 3.20) consistent à appliquer une succession de blocs de chargements cycliques pilotés en effort d'amplitude de chargement constante par bloc. Au total, trois protocoles d'auto-échauffement différents ont été utilisés durant cette étude :

- protocole *classique* ;
- protocole *inversé* ;
- protocole *progressif*.

Le premier protocole, classiquement trouvé dans la littérature, comporte une séquence de blocs d'amplitudes croissantes d'un bloc à l'autre (cf. figure 3.20a). Afin d'enrichir la base de donnée expérimentale, deux variantes de ce protocole sont proposées : un protocole d'auto-échauffement inversé et un protocole d'auto-échauffement progressif. Le protocole inversé inverse la séquence des paliers de chargement en commençant par l'amplitude la plus élevée (cf. figure 3.20b). Enfin, le protocole progressif applique trois séquences de chargement d'amplitudes croissantes puis décroissantes (cf. figure 3.20c).

L'objectif de ces nouveaux protocoles est de mettre en évidence les éventuelles différences venant des différentes histoires de chargement pour pouvoir ensuite les interpréter.

Chaque bloc comprend 50 cycles à une fréquence de 2, 5 ou 10 Hz avec un rapport de charge de  $R = 0.05$  ou  $R = -1$  ( $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ). Les blocs de chargement sont interrompus par des périodes de recouvrement. La durée des périodes de recouvrement dépend de l'élévation de la température lors du chargement du bloc précédent et elle est choisie de façon à laisser assez de temps à l'éprouvette pour retourner à l'équilibre thermique. Le dernier bloc de chargement est mené jusqu'à la rupture et le nombre de cycle correspondant est relevé.

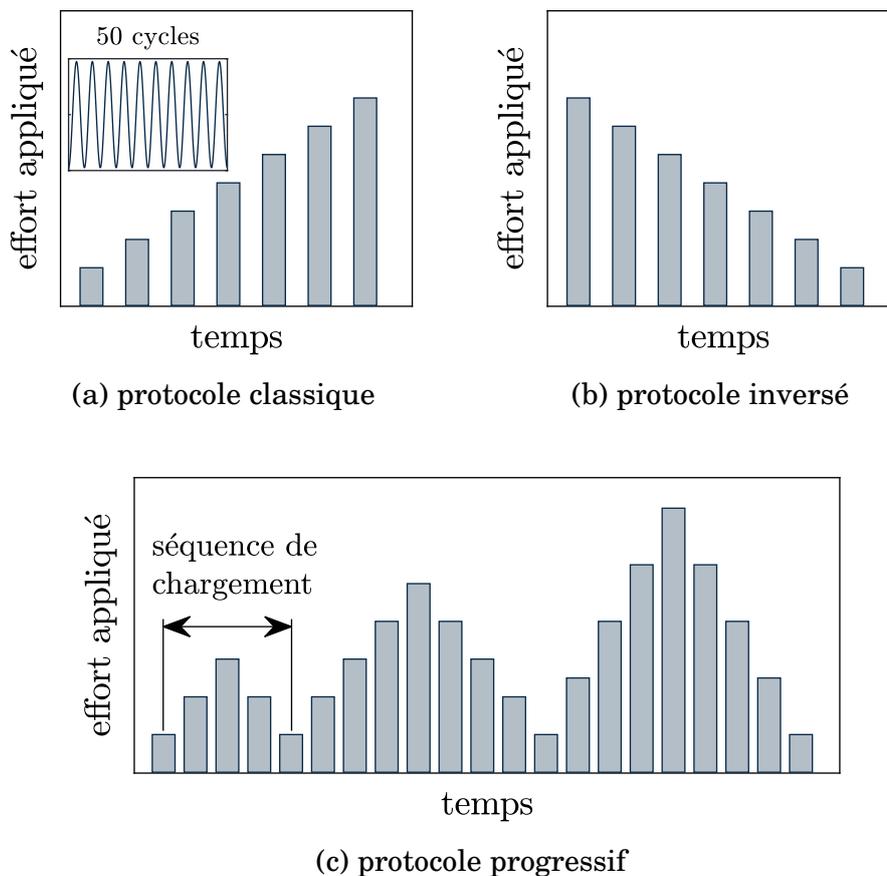


FIGURE 3.20 – Illustration des protocoles mécaniques.

### 3.3.1.2 Construction de la courbe d'auto-échauffement

Conformément à la démarche de reconstruction des champs présentée dans la section 3.2.3.2, l'énergie dissipée moyenne par cycle est évaluée pour chaque pixel  $k$  de la région d'intérêt  $\mathcal{R}$ . La courbe d'auto-échauffement est ensuite obtenue en traçant la valeur moyenne de l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\bar{\Delta}^*$  en fonction de l'amplitude de contrainte nominale  $\bar{\sigma}_A$  du chargement cyclique appliqué durant le bloc de chargement

### 3.3. Analyse des courbes d'auto-échauffement

(cf. figure 3.21). La valeur moyenne est obtenue sur l'ensemble des pixels de la région d'intérêt :

$$\bar{\Delta}^* = \langle \Delta_k^* \rangle, \quad \forall k \in \mathcal{R} \quad (3.14)$$

Bien que cette évaluation soit numériquement plus exigeante que celle basée sur une évolution temporelle moyenne, Leveuf [32] montre qu'elle permet de limiter l'influence du bruit expérimental sur l'identification.

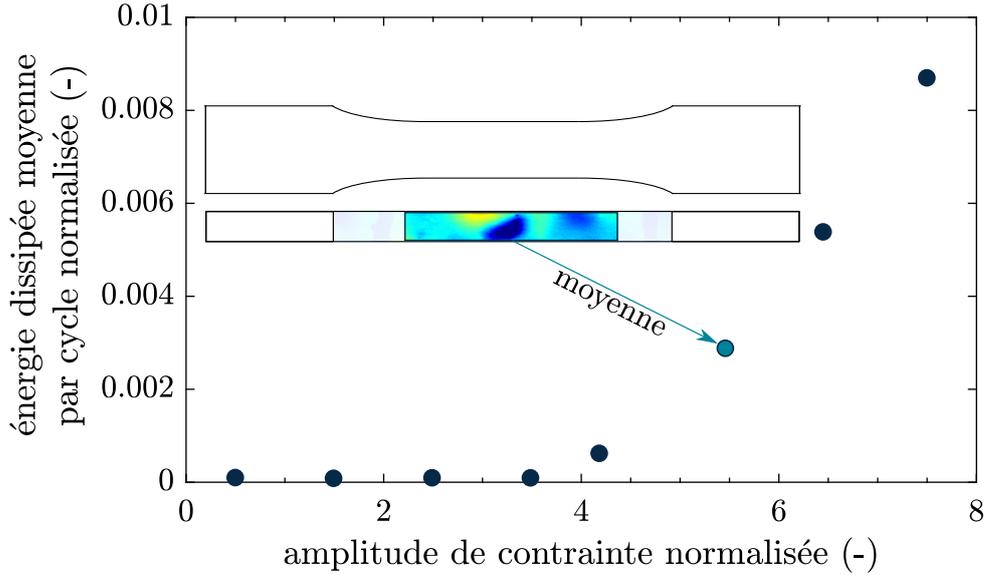


FIGURE 3.21 – Exemple d'une courbe d'auto-échauffement obtenue sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05.

#### 3.3.1.3 Construction de la courbe de couplage thermoélastique

Afin de décrire l'évolution du couplage thermoélastique, qui est la deuxième variable généralement calculée à partir du protocole d'auto-échauffement, une démarche analogue à celle présentée dans la section précédente a été adoptée. L'amplitude de couplage thermoélastique est calculée pour chaque pixel  $k$  de la région d'intérêt  $\mathcal{R}$ . La valeur moyenne de l'amplitude de couplage thermoélastique  $\bar{C}_e$  est calculée selon l'équation :

$$\bar{C}_e = \langle C_{e,k} \rangle, \quad \forall k \in \mathcal{R} \quad (3.15)$$

et ensuite tracée en fonction de l'amplitude de contrainte nominale  $\bar{\sigma}_A$ . La figure 3.22 propose une illustration d'une courbe de couplage thermoélastique.

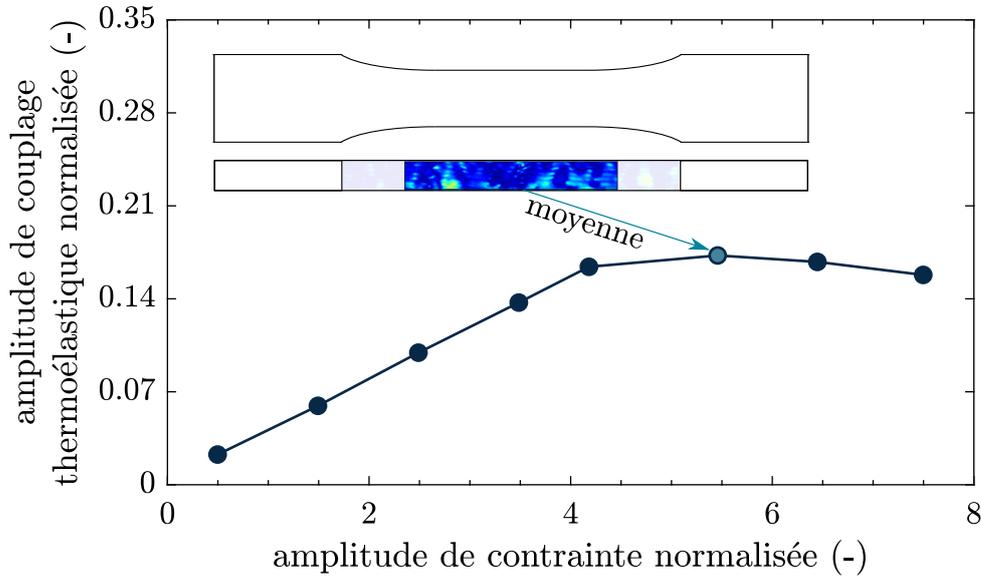


FIGURE 3.22 – Exemple d’une courbe de couplage thermoélastique obtenue sur l’éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-05.

### 3.3.2 Bilan des configurations testées

Il convient de rappeler qu’un des objectifs de cette étude est la caractérisation du matériau par auto-échauffement en traction ainsi qu’en compression. C’est la raison pour laquelle deux rapports de charges différents ont été fixés pour les sollicitations cycliques imposées :  $R = 0.05$  (appelé traction-traction) et  $R = -1$  (traction-compression). Comme présenté dans la section 2.3, deux variations de l’armure de tissage ont été fournies pour cette étude : 8 couches et 4 couches. Cependant, il faut constater que les éprouvettes ne possédant que 4 couches sont susceptibles de flamber du fait de leur faible épaisseur. Par conséquent, la caractérisation de ce type d’éprouvette se fait uniquement avec le rapport de charge  $R = 0.05$ . Enfin, pour pouvoir décrire l’influence du ratio de fibres chaîne trame (matériau non équilibré) sur le comportement global, il a été nécessaire d’opter pour deux sens de découpe. Cela porte le nombre de configurations à étudier à 6, leur bilan est présenté dans le tableau 3.1.

Nombre de couches	Sens de découpe	Rapports de charge appliqués
8 couches	chaîne	$R = 0.05$ , $R = -1$
	trame	$R = 0.05$ , $R = -1$
4 couches	chaîne	$R = 0.05$
	trame	$R = 0.05$

TABLE 3.1 – Bilan des configurations investiguées par le protocole d’auto-échauffement.

#### 3.3.3 Application à une configuration

Cette section présente la vérification de certaines hypothèses liées au protocole d'auto-échauffement et détaille la stratégie de la caractérisation globale mise en place. Par souci de clarté, il a été décidé d'illustrer ces aspects sur une configuration donnée et puis de résumer les particularités liées aux autres configurations dans la section 3.3.6.

La configuration choisie est celle de l'éprouvette 8 couches découpée dans le sens trame et sollicitée avec un rapport de charge  $R = 0.05$ . Le choix se porte sur cette configuration parce que les résultats expérimentaux se montrent répétables ce qui les rend favorable au titre d'illustration. Il convient de préciser que la dispersion accrue des résultats expérimentaux est, d'une manière générale, liée à l'utilisation d'un matériau générique. En outre, cette dispersion pourrait être davantage accentuée par les dimensions de la zone utile des éprouvettes utilisées et par la taille des hétérogénéités (cf. section 2.3.1). Contrairement aux éprouvettes découpées dans le sens trame dont la largeur correspond à environ 90% de la largeur du motif de tissage, la zone utile des éprouvettes sens chaîne ne comprend qu'environ 60% du motif de tissage. Cela peut conduire à une dispersion plus élevée qui est observée pour les éprouvettes découpées dans le sens chaîne, puisque les propriétés mécaniques des éprouvettes sens chaîne varient en fonction de la position de prélèvement. Par ailleurs, cette explication est conforme avec les résultats obtenus par Roué [104, 105] qui avait réalisé des essais d'auto-échauffement sur un autre composite tissés 3D. Ce dernier possédait une taille de motif significativement plus petit et les résultats expérimentaux étaient constatés répétables.

##### 3.3.3.1 Validation du protocole d'auto-échauffement

Les résultats obtenus à partir du protocole d'auto-échauffement font, en général, l'objet d'une analyse préalable. Cette dernière vise à établir certaines conclusions qui permettent ensuite de guider l'interprétation des données expérimentales. Cette analyse consiste généralement à vérifier la répétabilité des valeurs d'énergie dissipée, comparer les observations effectuées sur la tranche et sur la face et examiner l'influence de la fréquence de sollicitation.

##### Répétabilité

La figure 3.23a affiche l'ensemble des courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche des éprouvettes 8C sens trame (notation introduite dans la section 2.3.1). On peut constater que les résultats sont répétables. Une dispersion expérimentale significative peut être constatée uniquement en comparant les derniers paliers des courbes d'auto-échauffement quand l'amplitude de contrainte dépasse 7 MPa/MPa.

La figure 3.23b met en évidence les points d'auto-échauffement obtenus pour des essais de fatigue qui sont superposés aux courbes d'auto-échauffement. On constate que les résultats des essais de fatigue se superposent bien avec les courbes d'auto-échauffement pour des amplitudes de contrainte inférieures à 5 MPa/MPa (correspondant à la gamme des amplitudes testées).

Étant donné la bonne répétabilité des courbes d'auto-échauffement, qui ont été construites pour des séquences de blocs de chargements différentes, il est possible de

conclure que ce séquençement n'a pas d'influence sur la valeur de l'énergie dissipée globale. Les points d'auto-échauffement obtenus pour des essais de fatigue confirment, par ailleurs, ce constat.

#### **Influence de la zone observée**

Certaines analyses sont réalisées sur la tranche ou sur la face des éprouvettes. Il convient de vérifier que la zone d'observation n'influence pas les résultats. La figure 3.23c compare les valeurs de l'énergie dissipée obtenues sur la tranche et sur la face. Les résultats se montrent cohérents ce qui plaide pour que l'énergie dissipée soit considérée comme une caractéristique représentative du volume étudié à l'échelle de l'éprouvette.

#### **Influence de la fréquence de sollicitation**

La figure 3.23d met en relief l'effet de la fréquence de la sollicitation mécanique. En analysant les courbes d'auto-échauffement obtenues à 2, 5 et 10 Hz, il est possible de constater que la fréquence de sollicitation mécanique n'influe pas sur les résultats de l'énergie dissipée moyenne par cycle dans l'intervalle des fréquences testées.

#### **Bilan**

Il convient de faire une synthèse des hypothèses vérifiées par cette analyse préliminaire puisque celles-ci se révèlent importantes pour l'interprétation des résultats expérimentaux présentés dans la suite :

- L'histoire du chargement subi durant les paliers d'auto-échauffement n'a pas d'effet sur le résultat du calcul de la dissipation du palier subséquent et cela jusqu'aux amplitudes de contrainte d'au moins de 5 MPa/MPa ;
- La fréquence du chargement mécanique, variant de 2 Hz à 10 Hz, n'a pas d'influence sur l'évaluation de l'énergie dissipée moyenne par cycle ;
- Les résultats obtenus sur la face et sur la tranche se montrent cohérents.

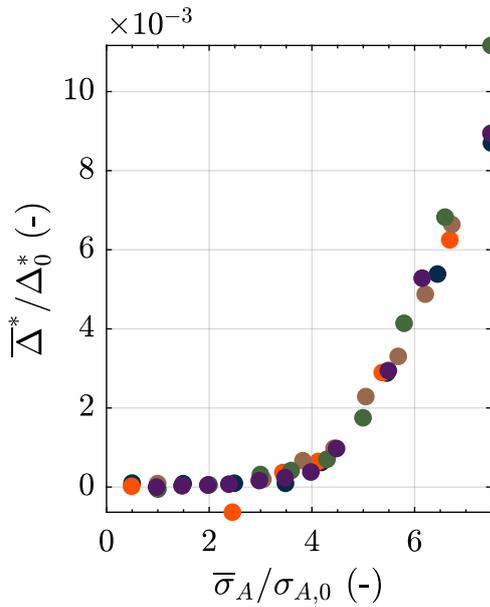
#### **3.3.3.2 Essai d'auto-échauffement**

Cette section illustre les résultats expérimentaux obtenus avec le protocole d'auto-échauffement classique (cf. figure 3.20a). La courbe d'auto-échauffement, affichée sur la figure 3.24a, montre une évolution typique de l'énergie dissipée. Celle-ci manifeste une augmentation modérée jusqu'à une amplitude de contrainte de 4 MPa/MPa. Une fois que ce seuil est atteint, on constate une accélération de cette croissance, graphiquement interprétée comme une rupture de pente.

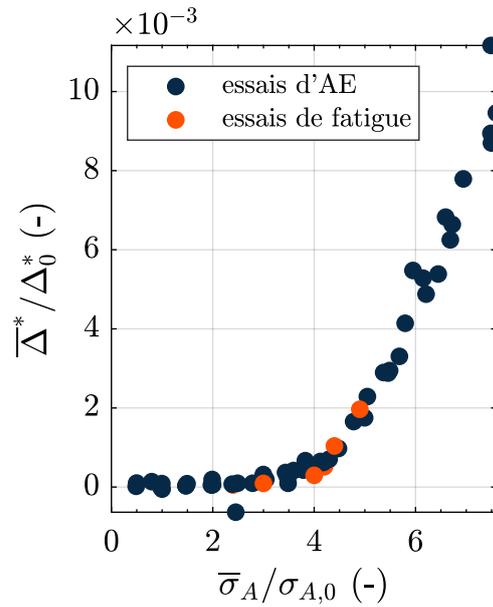
Quant à la courbe de couplage thermoélastique affichée sur la figure 3.24b, celle-ci montre une évolution dans un premier temps linéaire. La perte de linéarité intervient autour de la valeur de l'amplitude de contrainte de 4 MPa/MPa. En continuant à augmenter la contrainte appliquée, la courbe arrive à une saturation visible à partir d'environ 6 MPa/MPa.

Les statistiques sur les événements thermiques détectés complètent la description de la signature thermomécanique. La figure 3.24c révèle que les premiers événements thermiques arrivent avant que l'amplitude de contrainte ne dépasse la valeur de 4 MPa/MPa. Toutefois, la surface associée à ces premiers événements (cf. figure 3.24d) reste très limitée. La création des événements thermiques devient ensuite importante pour des

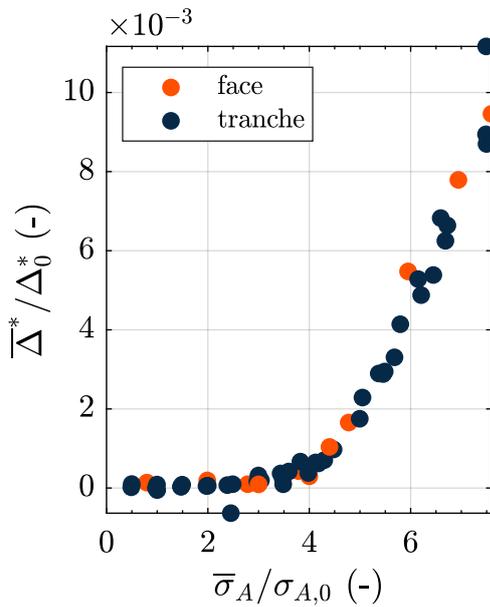
### 3.3. Analyse des courbes d'auto-échauffement



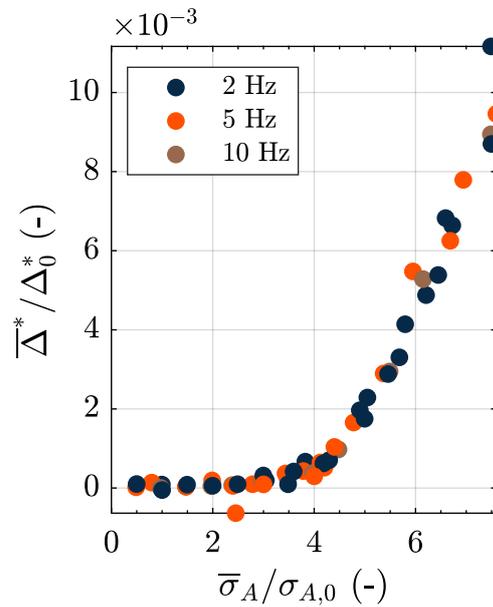
(a) Ensemble des courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche.



(b) Comparaisons des courbes d'AE avec des valeurs d'énergie dissipée obtenues lors des essais de fatigue.



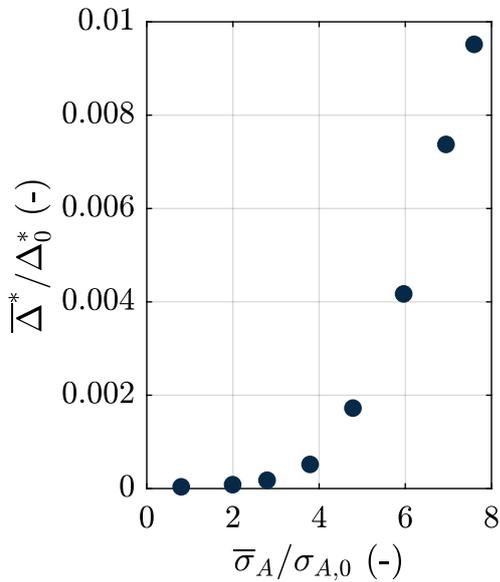
(c) Comparaison entre les valeurs d'énergie dissipée obtenues sur la tranche et sur la face.



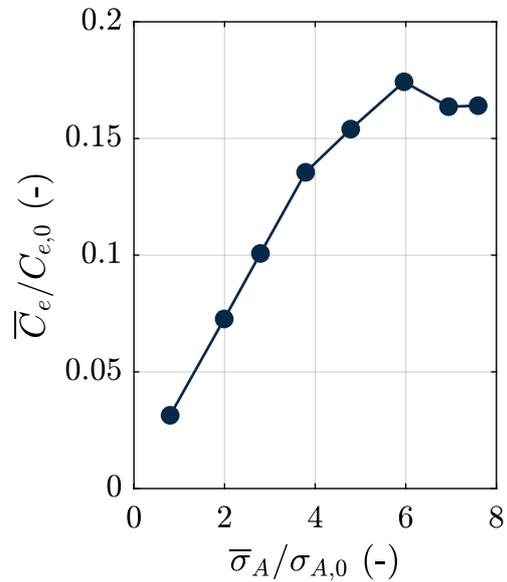
(d) Influence de la fréquence de sollicitation sur les résultats de l'énergie dissipée.

FIGURE 3.23 – Illustration de la vérification des hypothèses liées au protocole d'auto-échauffement réalisée sur les éprouvettes 8C découpées dans le sens trame et sollicitées en traction-traction.

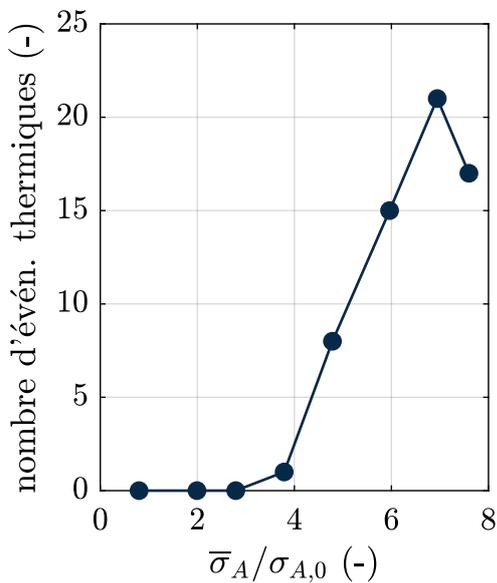
amplitudes supérieures à 4 MPa/MPa avec un pic marqué autour de 7 MPa/MPa. Enfin, l'intensité de formation des événements diminue rapidement durant le dernier palier appliqué.



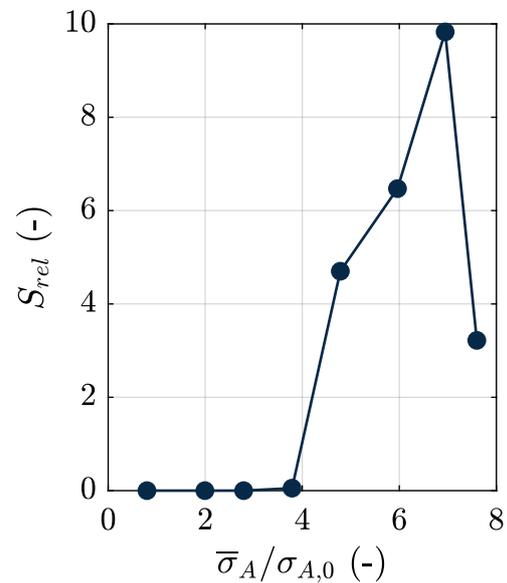
(a) courbe d'auto-échauffement



(b) courbe de couplage thermoélastique



(c) nombre d'événements thermiques détectés



(d) surface associée aux événements thermique détectés

FIGURE 3.24 – Résultats obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04 sollicitée à 2 Hz avec un protocole d'auto-échauffement classique.

#### 3.3.3.3 Essai d'auto-échauffement inversé

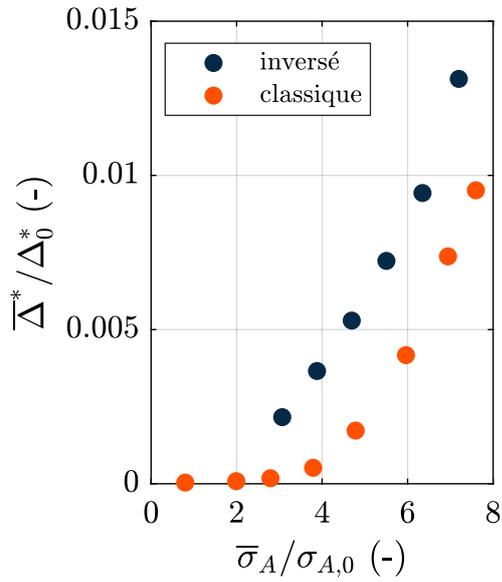
La comparaison de la courbe d'auto-échauffement obtenue avec les protocoles inversé et classique est illustrée sur la figure 3.25a. Pour une amplitude de contrainte donnée, le protocole inversé induit une énergie dissipée supérieure à celle obtenue avec le protocole classique. L'énergie dissipée semble évoluer quasi-linéairement avec l'amplitude de contrainte. La courbe de couplage thermoélastique, détaillée sur la figure 3.25b, suit une dépendance linéaire à partir du deuxième palier appliqué. Par ailleurs, cette dépendance reste monotone sans saturation visible. En ce qui concerne les événements thermiques, les figures 3.25c et 3.25d montrent que tous les événements thermiques détectés lors de cet essai se sont produits durant le premier palier, correspondant à l'amplitude de contrainte maximale.

#### 3.3.3.4 Essai d'auto-échauffement progressif

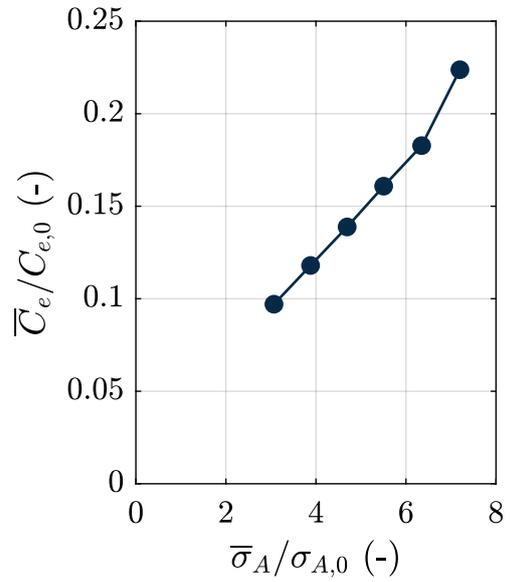
La courbe d'auto-échauffement et de couplage thermoélastique, obtenues avec le protocole progressif, sont présentées respectivement sur les figures 3.26 et 3.27 avec des évolutions détaillées pour les trois séquences de chargement appliquées.

*Énergie dissipée.* En se concentrant sur la première séquence de chargements appliquée (cf. figure 3.26a), il est possible de constater que les résultats se superposent. La différence visible entre les valeurs obtenues pour 1 MPa/MPa peut être expliquée par la précision des mesures thermiques puisque les variations de température observées dans cette gamme sont particulièrement faibles. En analysant les résultats de la première et deuxième séquence (cf. figure 3.26b), il est possible d'identifier un effet d'hystérésis prononcé durant la deuxième phase décroissante. Celui-ci ne peut être en aucun cas attribué à la précision de mesures car les variations de température provoquées dans cet intervalle sont suffisamment élevées. Finalement, en examinant l'ensemble de la courbe montrée sur la figure 3.26c, il est possible de conclure que cet hystérésis devient encore plus marqué durant la dernière phase décroissante. En outre, on constate que l'enveloppe de la courbe progressive concorde avec la courbe d'auto-échauffement classique.

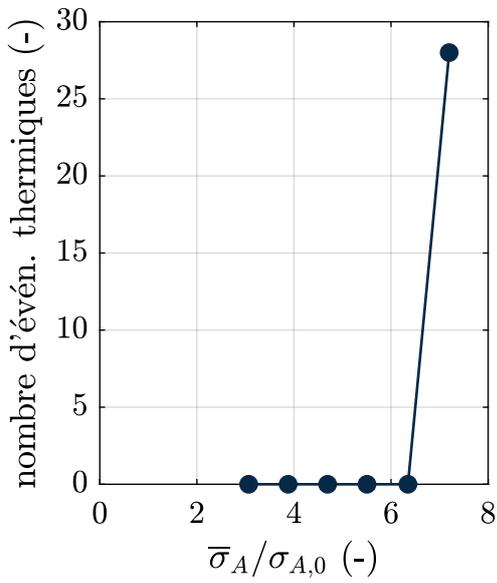
*Couplage thermoélastique.* L'évolution du couplage thermoélastique est décrite par la figure 3.27. En considérant uniquement la première séquence de chargement (cf. figure 3.27a), il est possible de constater une dépendance linéaire de l'amplitude de couplage à l'amplitude de contrainte appliquée. En analysant les résultats obtenus durant la première et deuxième séquence (cf. figure 3.27b), il est possible de conclure que la dépendance reste linéaire avec un coefficient constant tant que l'amplitude de contrainte reste inférieure à 3.4 MPa/MPa. En effet, sous ce seuil, on observe les mêmes pentes durant les phases d'amplitudes croissantes et décroissantes. Quand l'amplitude de contrainte dépasse cette valeur de 3.4 MPa/MPa, un changement de pente apparaît. Durant la phase décroissante appliquée au cours de la deuxième séquence de chargement, l'évolution redevient linéaire, néanmoins, la pente est réduite par rapport à la pente initiale. Enfin, en observant la courbe complète (cf. figure 3.27c), il est possible de constater un deuxième changement de pente qui intervient quand l'amplitude de contrainte maximale est dépassée. La dernière phase de chargement décroissante montre à nouveau une dépendance linéaire avec une pente réduite par rapport aux phases décroissantes précédentes.



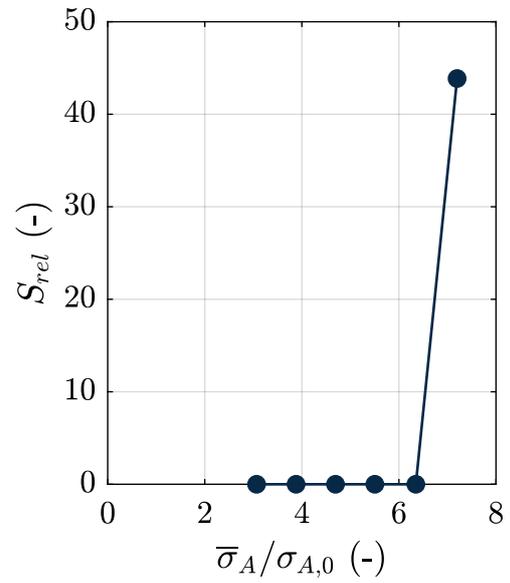
(a) courbe d'auto-échauffement inversée



(b) courbe de couplage thermoélastique



(c) nombre d'événements thermiques détectés



(d) surface associée aux événements thermiques

FIGURE 3.25 – Résultats obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-03 sollicitée à 2 Hz avec un protocole d'auto-échauffement inversé.

### 3.3. Analyse des courbes d'auto-échauffement

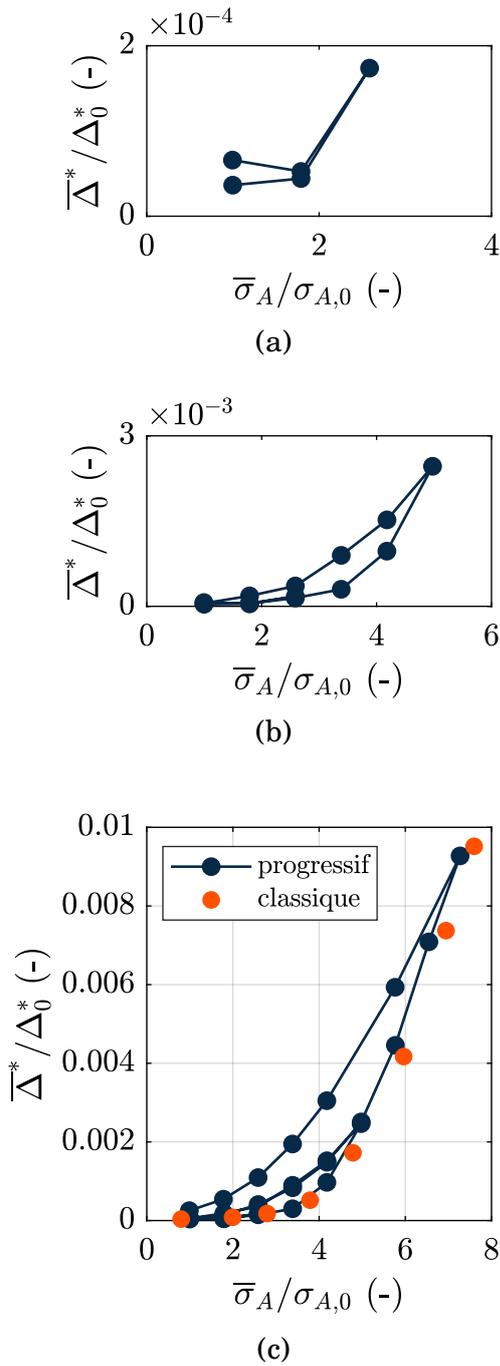


FIGURE 3.26 – Courbes d'auto-échauffement progressive obtenue sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-07 sollicitée à 2 Hz : (a) première séquence, (b) deuxième séquence, (c) comparaison de la courbe d'AE classique et progressive.

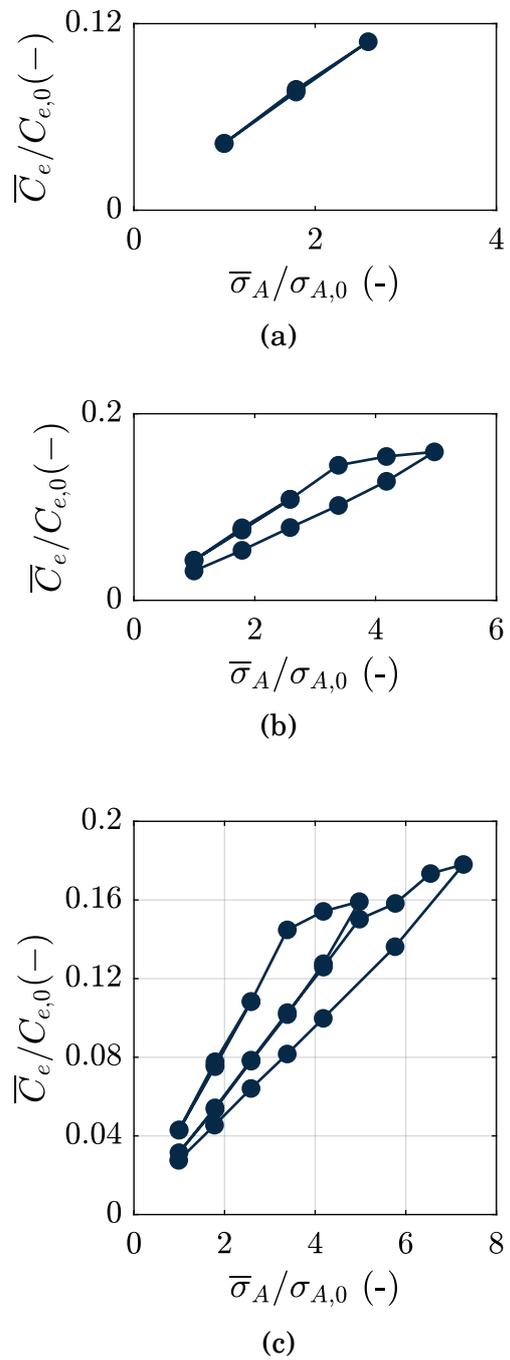


FIGURE 3.27 – Courbes de couplage thermoélastique progressive obtenue sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-07 sollicitée à 2 Hz : (a) première séquence, (b) deuxième séquence, (c) ensemble de l'essai.

### 3.3.3.5 Évaluation des sources thermiques par analyses du régime stationnaire

Ce type d'analyse cherche à évaluer les termes sources moyens dans le volume étudié en adoptant l'approche de type 0D (terme source moyen pour le volume d'étude). Afin de pouvoir calculer les termes sources, il est nécessaire de résoudre l'équation 3.10. En s'appuyant sur les hypothèses citées dans la section 3.2.3.1, cette équation peut être simplifiée pour donner la forme suivante :

$$\rho c_p \dot{\theta}^{0D} + \rho c_p \frac{\theta^{0D}}{\tau_{eq}} = \mathcal{D} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial T} : \underline{\dot{\varepsilon}}^e \quad (3.16)$$

Il convient de rappeler que pour ce type d'analyse, l'ensemble des échanges thermiques est décrit par le temps caractéristique du problème étudié  $\tau_{eq}$ . Ce dernier peut être évalué expérimentalement en utilisant les courbes de refroidissement obtenues durant des essais d'auto-échauffement et des essais de fatigue. Il est nécessaire de rappeler que la valeur identifiée est ensuite valable uniquement pour la configuration utilisée durant ces essais. Un exemple d'identification ainsi que les valeurs des temps caractéristiques identifiées pour les différents types d'éprouvette sont présentés dans l'annexe A.

Quand la dissipation  $\mathcal{D}$  est constante au cours du chargement, la solution à l'équation 3.16 s'écrit sous la forme d'une exponentielle :

$$\theta^{0D}(t) = \frac{\mathcal{D} \cdot \tau_{eq}}{\rho c_p} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{eq}}\right) \right] \quad (3.17)$$

Cette solution ne considère pas les variations de température liées aux couplage thermoélastique et elle est schématiquement illustrée sur la figure 3.28. Cette dernière montre que la variation moyenne de la température atteint une stabilisation. Il en ressort que l'analyse de cette variation de température moyenne obtenue expérimentalement au cours du chargement cyclique peut valider/discriminer l'hypothèse d'une dissipation constante. Afin de vérifier si cette hypothèse est valable pour le matériau d'étude, deux exemples de suivi de température obtenus au cours des essais de fatigue sont affichés sur la figure 3.29.

La figure 3.29a révèle que la température moyenne obtenue pour l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-01, qui a été sollicitée avec une amplitude de contrainte de 4.2 MPa/MPa, ne montre pas de signes de stabilisation. Au contraire la température moyenne continue à augmenter tout au long de la fenêtre temporelle investiguée. Cependant, il est possible de remarquer que la croissance décélère après environ 1000 s. Quant à la variation de la température moyenne de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-06, celle-ci stabilise autour de 25 °C. Toutefois, le temps caractéristique associé à cette stabilisation a été évalué à  $\tau_{eq} = 387.9$  s. Ce dernier est nettement supérieur aux valeurs identifiées sur les courbes de refroidissement pour ce type d'éprouvette. Celles-ci donnent un temps caractéristique moyen de 283.8 s.

Ces observations mettent en évidence que la dissipation ne peut pas être considérée comme constante au cours des chargements cycliques appliqués. Bien que la section 3.3.3.1 constate que le séquençement des paliers d'essais d'auto-échauffement n'a pas

### 3.3. Analyse des courbes d'auto-échauffement

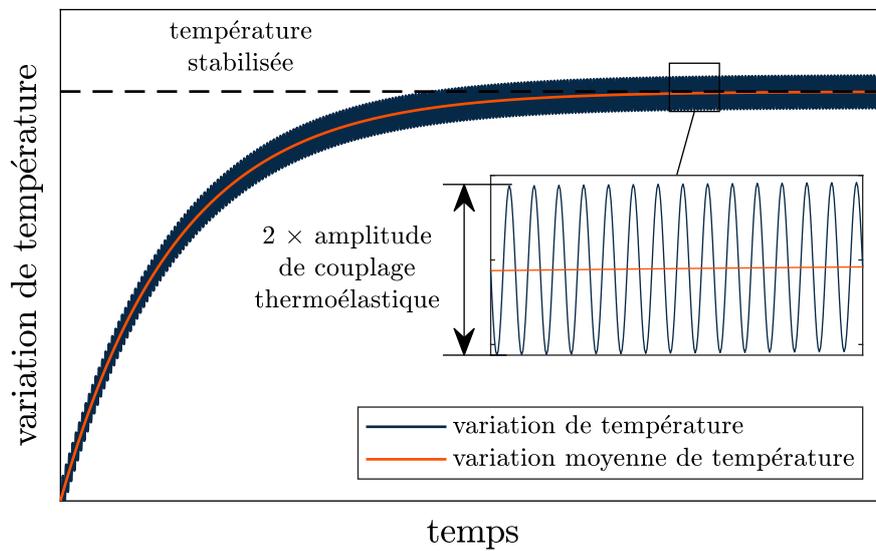


FIGURE 3.28 – Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique avec une dissipation constante.

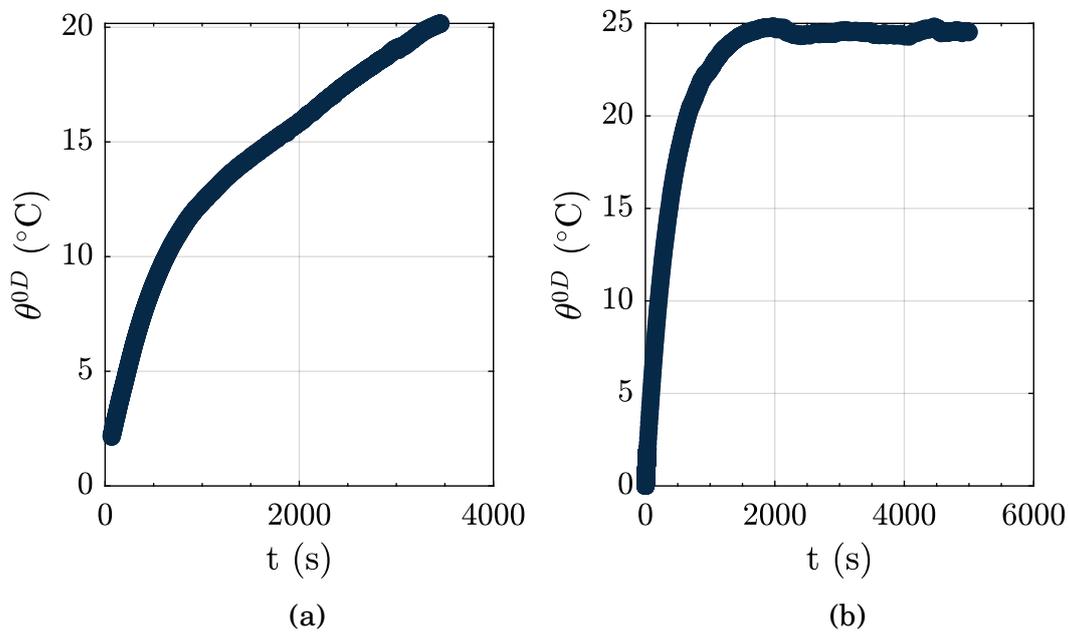


FIGURE 3.29 – Exemple de suivis de la variation de la température moyenne obtenus au cours des essais de fatigue réalisés sur : (a) l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-01 sollicitée à une fréquence de 5 Hz avec une amplitude de contrainte de 4.2 MPa/MPa, (b) l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-06 sollicitée à une fréquence de 2 Hz avec une amplitude de contrainte de 6 MPa/MPa.

d'influence sur la valeur de l'énergie dissipée globale, les suivis de températures obtenus au cours d'essais de fatigue montrent que la stabilisation de la température cohérente avec une dissipation constante n'a pas lieu. Cet aspect sera étudié plus en détail dans la section consacrée à la caractérisation thermomécanique des essais de fatigue 5.2.1.2.

### 3.3.4 Analyses par émission acoustique

Plusieurs études montrent que l'émission acoustique est une technique adaptée pour le suivi des endommagements qui se produisent dans les composites tissés 3D lorsque ces derniers sont sollicités [3, 19]. Puisque cette méthode est considérée comme volumique, elle est complémentaire à l'instrumentation par caméra infrarouge puisque celle-ci se limite aux observations surfaciques. Afin de pouvoir détecter les endommagements qui se produisent au cours des essais d'auto-échauffement, des essais d'auto-échauffement, instrumentés par les deux techniques simultanément, ont été réalisés. La campagne expérimentale a été menée en collaboration avec l'Université de Technologie de Compiègne (UTC). L'objectif de cette campagne était, dans un premier temps, de détecter le moment d'apparition des premiers événements acoustiques, de classer tous les événements enregistrés et enfin d'établir, si elle existe, une corrélation entre la signature acoustique et la signature thermique.

#### 3.3.4.1 Dispositif expérimental

Les essais ont été réalisés au sein du laboratoire Roberval. La machine utilisée est une machine de fatigue INSTRON 1343 (cf. section 2.2.1.1). Le dispositif expérimental est illustré sur la figure 3.30. Comme présenté précédemment, celui-ci comprend les capteurs d'émission acoustique (cf. section 2.2.2) ainsi que la caméra infrarouge (cf. section 2.2.5.2). L'instrumentation est finalement complétée par un extensomètre qui assure le suivi de la déformation globale au cours de l'essai.

#### 3.3.4.2 Post-traitement des données

##### Données infrarouges

Le protocole d'obtention des courbes d'auto-échauffement reste identique (section 3.3.1.2). Cependant, les champs de température observés sont légèrement perturbés par la présence de l'extensomètre et des capteurs. Par ailleurs, la taille de la région d'intérêt est limitée par la position des élastiques de l'extensomètre et, de ce fait, réduite par rapport aux observations classiques.

##### Données mécaniques

Afin d'avoir un indicateur de l'évolution de la raideur globale, le module de Young est calculé à partir de la déformation longitudinale fournie par l'extensomètre et la contrainte nominale appliquée. Le calcul se fait en utilisant les premiers points de la courbe de charge contrainte-déformation du 2<sup>e</sup> et 49<sup>e</sup> cycle appliqués pendant le bloc de chargement. Il s'agit donc pour les 2 cycles de la valeur tangente initiale.

##### Données émission acoustique

Le post-traitement des suivis acoustiques a été réalisé par l'équipe de l'UTC qui possède

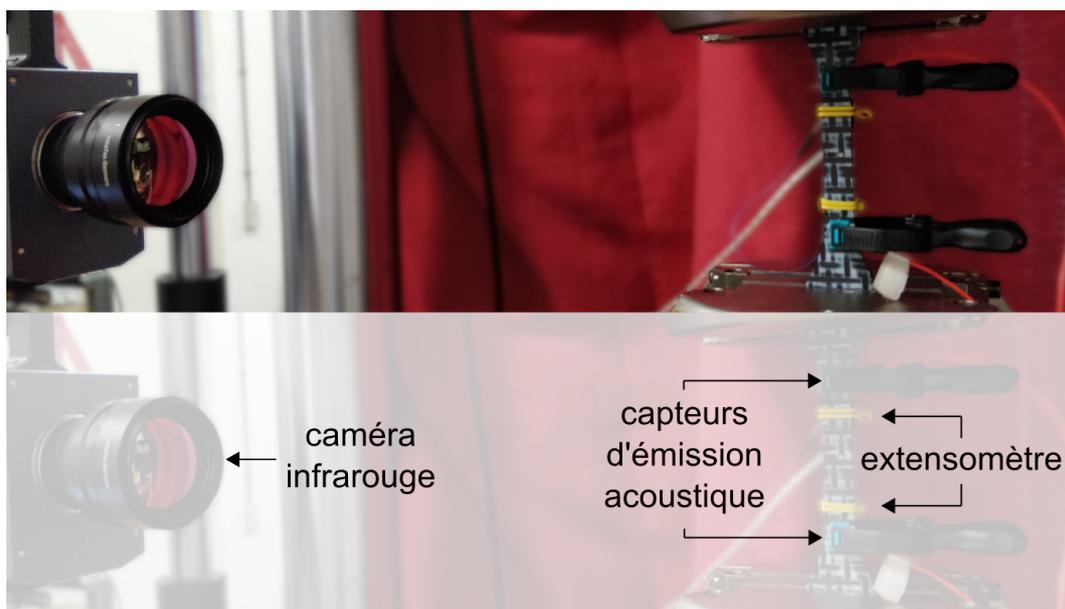


FIGURE 3.30 – Dispositif expérimental multi-instrumenté.

des compétences fortes en détection et en classement des événements acoustiques dans les matériaux composites tissés [3, 19]. Le post-traitement se base sur l'analyse de paramètres des salves d'émissions acoustiques. Les paramètres (descripteurs) utilisés sont définis dans le manuel de Physical Acoustics Corporation [106] : temps de montée, nombre de coups au pic, nombre de coups, durée, amplitude, énergie, énergie absolue, fréquence moyenne, niveau de signal moyen (*Average Signal Level, ARS*), quadratique moyenne (*Root Mean Square, RMS*), fréquence de réverbération, fréquence initiale et puissance du signal. Ainsi, chaque salve peut être représentée par un vecteur de 13 composantes  $x_I^j$  ( $j = 1, 13$ ). Les données acquises sont classées avec l'algorithme « K-means » qui est un algorithme des centres mobiles cherchant à minimiser la variance intra-classe. Les coordonnées du centre d'une classe  $C_I^j$  ( $I = 1, K$  avec  $K$  le nombre de classes et  $j = 1, 13$ ) sont initialisées manuellement ou aléatoirement. Puis, chaque vecteur est attribué au groupe le plus proche mesuré par la distance euclidienne définie selon l'équation :

$$d(x_I^j, C_I^j) = \sqrt{\sum_{j=1}^{13} (x_I^j - C_I^j)^2} \quad (3.18)$$

En se basant sur les données acquises pour les protocoles utilisés, 3 classes ont été établies :

- endommagements majeurs ;
- décohésions, propagations ;
- microfissurations.

La première classe, appelée « endommagements majeurs », est la classe la plus énergétique. Celle-ci englobe les endommagements qui provoquent une perte de raideur

délectable à l'échelle de l'éprouvette. La deuxième classe représente les propagations des fissures existantes ainsi que des décohésions voire des ruptures d'interface. Enfin, la troisième classe, qui est la moins importante en terme d'énergie, comprend les microfissurations. Bien que ces types d'endommagements soient assez fréquents, leur impact sur le comportement global est faible.

Afin d'illustrer l'évolution de l'activité acoustique, deux paramètres ont été retenus : le nombre d'événements acoustiques détectés et l'énergie acoustique associée. En effet, ces deux variables permettent d'illustrer la dynamique de l'activité acoustique sans rendre les graphiques trop chargés.

### 3.3.4.3 Essai d'auto-échauffement

La courbe d'auto-échauffement est affichée sur la figure 3.31a, où les résultats ont été superposés aux données précédentes. La bonne correspondance permet de vérifier que ces essais multi-instrumentés donnent des résultats cohérents vis-à-vis du dispositif expérimental utilisé classiquement. Il est d'ailleurs possible de conclure que la réduction de la taille de la région d'intérêt liée à la présence de l'extensomètre n'a pas d'influence sur la valeur de l'énergie dissipée moyenne globale.

L'évolution du module d'Young, affichée sur la figure 3.31b, représente un indicateur de la réponse mécanique du matériau à l'échelle de la zone utile de l'éprouvette. Ces valeurs sont évaluées au début du 2<sup>e</sup> et 49<sup>e</sup> cycle mécanique. Un plateau initial quasi-constant est suivi par une diminution quasi-linéaire. La perte de raideur apparaît durant le 6<sup>e</sup> palier, pour l'amplitude de contrainte de 5 MPa/MPa.

Les figures 3.31c et 3.31d résument l'évolution de l'activité acoustique durant l'essai. Pour des amplitudes de contrainte inférieures à 4 MPa/MPa, toutes les classes révèlent une activité faible tant en termes de nombre d'événements que d'énergie acoustique. Une fois que l'amplitude de contrainte dépasse cette valeur, on remarque une forte hausse. Les évolutions culminent autour de l'amplitude de contrainte de 5 MPa/MPa et ensuite manifestent des tendances décroissantes. Enfin, une légère reprise peut être observée pour la classe des endommagements majeurs durant le dernier bloc de la séquence.

### 3.3.4.4 Essai d'auto-échauffement inversé

La courbe d'auto-échauffement inversée, affichée sur la figure 3.32a, montre encore une bonne correspondance avec la courbe obtenue à l'aide du dispositif expérimental classique.

L'évolution du module d'Young, présentée sur la figure 3.32b, montre que la perte de raideur la plus importante se produit durant le premier palier sous chargement maximal. Bien que la diminution se poursuive au cours des paliers suivants, la progression est considérablement plus lente que celle observée pendant le bloc initial.

L'activité acoustique s'avère, elle aussi, déterminante lors du premier palier. Cela est visible sur la figure 3.32d où la classe des endommagements majeurs affiche un pic dominant. Bien que la figure 3.32c indique que des microfissurations continuent à se développer durant la suite de l'essai, leur impact exprimé en termes d'énergie acoustique reste limité car les valeurs mesurées à partir du deuxième palier ne sont pas comparables au niveau enregistré durant le palier initial.

### 3.3. Analyse des courbes d'auto-échauffement

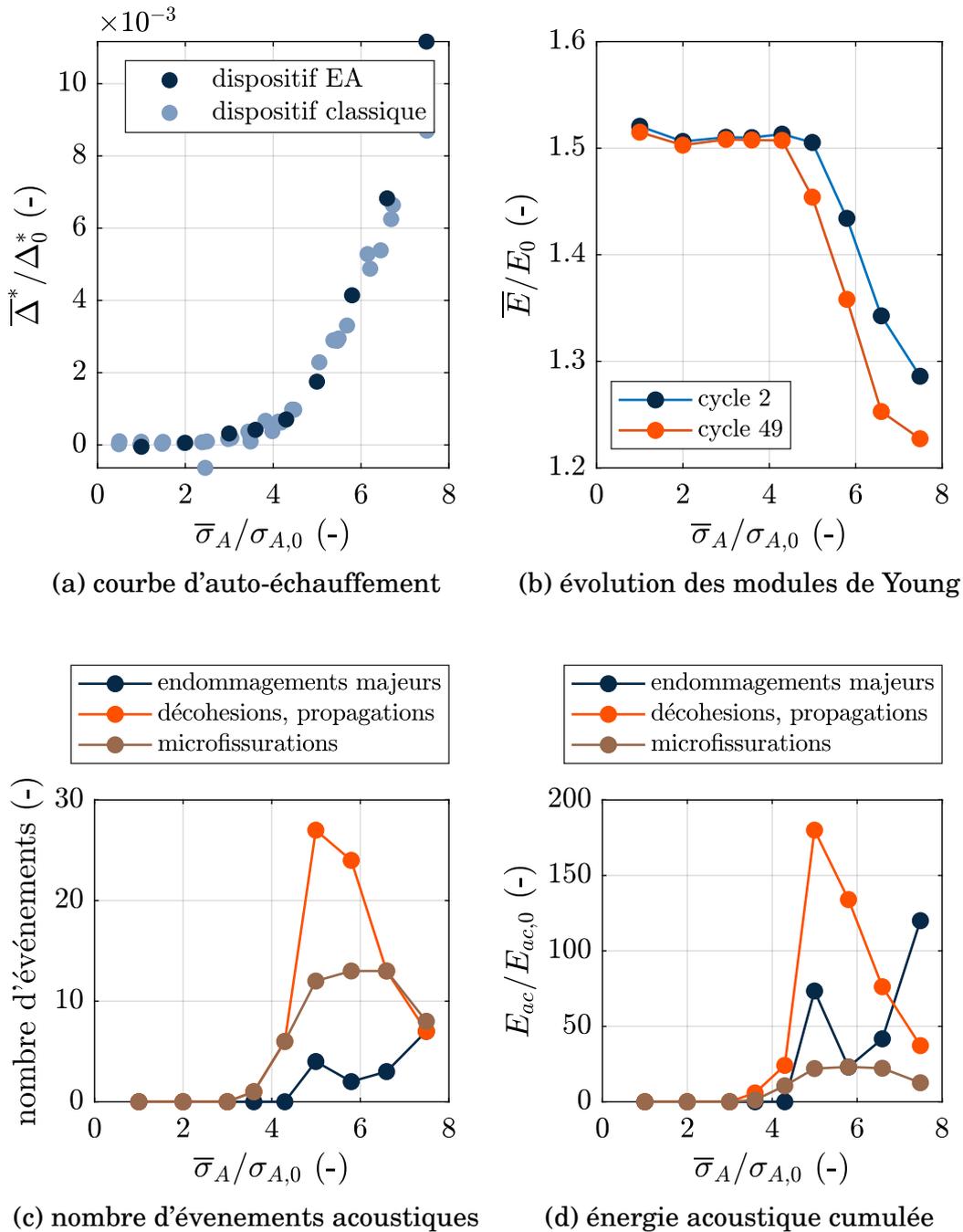
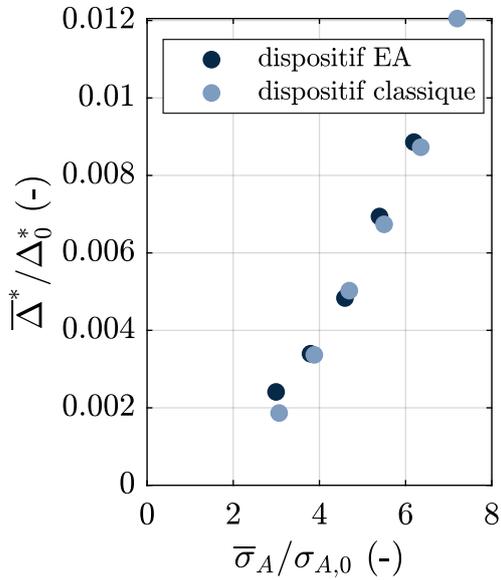
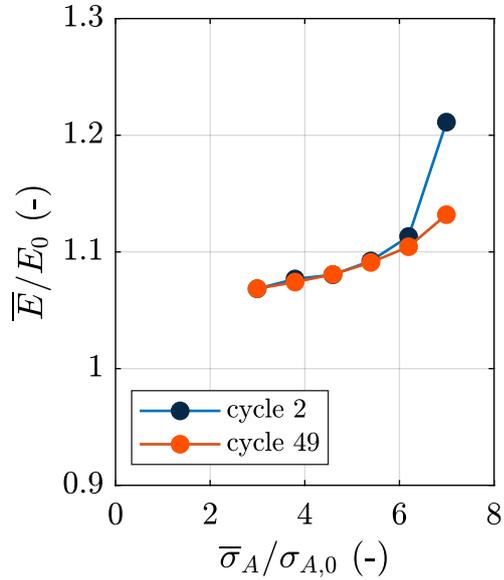


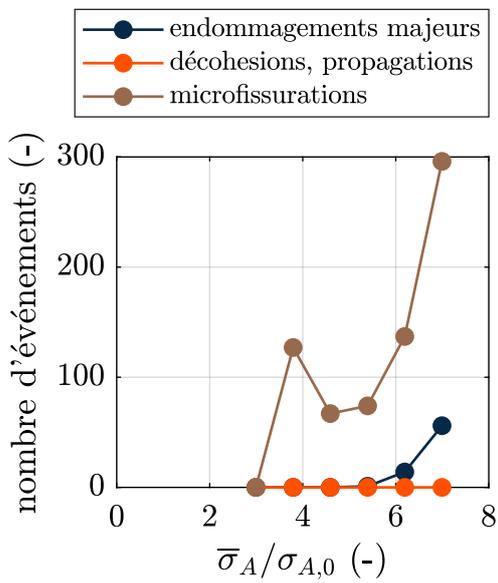
FIGURE 3.31 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-01 sollicitée à 2 Hz.



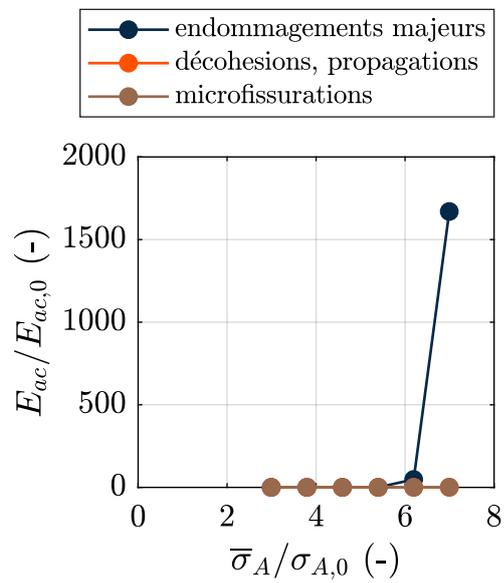
(a) courbe d'auto-échauffement



(b) évolution des modules de Young



(c) nombre d'événements acoustiques



(d) énergie acoustique cumulée

FIGURE 3.32 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement inversé effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-06 sollicitée à 2 Hz.

#### 3.3.5 Bilan et discussions

Avant de s'intéresser aux analyses des cartographies présentées dans la section 3.4, il convient de faire le bilan des analyses effectuées à l'échelle de l'éprouvette. Les résultats sont interprétés pour tous les types d'essais d'auto-échauffement réalisés dans les paragraphes suivants.

##### 3.3.5.1 Essai d'auto-échauffement

Les résultats obtenus à partir des mesures infrarouges ont mis en évidence une augmentation de l'énergie dissipée moyenne, accélérée à partir de l'amplitude de contrainte de 4 MPa/MPa (p. ex. figures 3.24a et 3.31a). Ce phénomène, qui se traduit par une rupture de pente visible sur la courbe d'auto-échauffement, avait déjà été observé pour cette famille de matériaux [28, 29]. Ce changement de pente est souvent dénommé comme la transition entre le régime I et le régime II (voir section 3.5). Quant aux événements thermiques et acoustiques (cf. figures 3.24c, 3.24d, 3.31c et 3.31d), le premier événement précède systématiquement la transition de régime susmentionnée (4 MPa/MPa). Toutefois, ces événements précoces, qui sont peu nombreux et d'une intensité plutôt faible, ne semblent pas avoir un impact notable sur la réponse thermomécanique. Quand l'amplitude de contrainte continue d'augmenter, ces événements deviennent de plus en plus fréquents et significatifs en termes d'énergie acoustique et de surface thermique associée. Leur intensité culmine autour de l'amplitude de contrainte de 5 MPa/MPa ce qui corrèle avec l'évolution des modules de Young donnée par la figure 3.31b. Plus précisément, la première perte de raideur corrèle avec le premier pic des « endommagements majeurs » pour l'émission acoustique. Une fois que ce pic a été atteint, la raideur continue à diminuer jusqu'à la fin d'essai.

##### 3.3.5.2 Essai d'auto-échauffement inversé

Le protocole inversé permet de mettre en relief l'effet de la surcharge sur les valeurs de l'énergie dissipée. En effet, il a été constaté que l'endommagement le plus important se produit lors du premier palier, c-à-d. pour la contrainte maximale (voir figures 3.25c, 3.25d, 3.32c et 3.32d). Cela signifie que pour une même contrainte, l'état d'endommagement est plus avancé par rapport à un essai d'auto-échauffement classique. Comme cet état d'endommagement ne progresse pas de manière importante durant les paliers suivants, il est possible d'évaluer l'effet d'un endommagement initial sur l'énergie dissipée. La figure 3.25a montre que, pour la même amplitude de contrainte, l'énergie dissipée est plus élevée dans le cas des essais inversés. Cela implique que l'endommagement entraîne une hausse de la dissipation.

##### 3.3.5.3 Essai d'auto-échauffement progressif

Ce type d'essai permet de mettre en évidence l'effet d'un endommagement progressif sur l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique. Comme illustré sur les figures 3.26a et 3.27a, durant la première séquence de chargement, la courbe d'énergie dissipée ne montre pas de signe d'hystérésis et l'amplitude du couplage thermoélastique demeure linéaire et conserve sa pente initiale. Lors de la deuxième séquence appliquée, l'amplitude

de contrainte atteint 5 MPa/MPa. Comme cette valeur est supérieure à la valeur de la rupture de pente (4 MPa/MPa), il est probable que les chargements appliqués aient provoqué des endommagements conséquents. Cela expliquerait la hausse de l'énergie dissipée durant la phase décroissante, graphiquement traduite par l'hystérésis de la courbe d'auto-échauffement (cf. figure 3.26b). En outre, ces endommagements pourraient entraîner la baisse de la pente initiale de la courbe de couplage thermoélastique (cf. figure 3.27b). La dernière séquence confirme les tendances décrites précédemment en amplifiant l'effet d'hystérésis de la courbe d'auto-échauffement 3.26c et en diminuant la pente du couplage thermoélastique 3.27c.

### 3.3.6 Synthèse des autres configurations

Cette section propose une synthèse des résultats obtenus pour les autres configurations. Par souci de clarté, le résumé se veut succinct et se concentre sur les particularités liées à chaque configuration. L'ensemble des résultats expérimentaux ainsi que leurs analyses plus approfondies peuvent être consultés dans l'annexe D.

#### 3.3.6.1 Rapport de charge $R = -1$

Qu'il s'agisse des éprouvettes 8C sens chaîne ou sens trame, le comportement thermomécanique ainsi que le mode de ruine sont différents pour ce type de sollicitation. La dépendance de l'énergie dissipée à l'amplitude de contrainte est très régulière. Comme les endommagements sont détectés uniquement durant les derniers paliers, la raideur reste constante pratiquement tout au long de l'essai. La rupture suit très tôt après le développement de premiers endommagements majeurs. Par ailleurs, la ruine est considérée être le résultat des flambements locaux rendus possible par les endommagements introduits précédemment.

#### 3.3.6.2 Éprouvettes sens chaîne 8C

Le comportement thermomécanique de ce type d'éprouvettes se montre qualitativement similaire au celui observé dans la direction trame. En raison du ratio fibres chaîne trame supérieur à 1 (55/45), la tenue mécanique est meilleure dans cette direction. Une dispersion élevée des données expérimentales a été observée. Comme évoqué précédemment, celle-ci est considérée être liée notamment à l'utilisation d'un matériau générique et peut être potentiellement accentuée par les dimensions réduites de la zone utile vis-à-vis de la taille du motif de tissage (cf. sections 2.3.1 et 3.3.3).

#### 3.3.6.3 Éprouvettes 4C

Les performances mécaniques sont supérieures dans le cas des éprouvettes sens trame. Cet aspect s'avère surprenant car si le ratio de fibres sens chaîne trame demeure le même, la tenue mécanique des éprouvettes chaîne devrait être meilleure. Toutefois, sans une description fine de l'architecture, il n'est pas possible de formuler des explications. Cette observation mise à part, le comportement thermomécanique est comparable à celui observé précédemment.

### 3.4 Analyse des cartographies

Bien que les analyses des courbes d'auto-échauffement mettent en lumière l'évolution de l'énergie dissipée à l'échelle globale, elles ne permettent pas de distinguer les mécanismes dissipatifs car ces derniers sont potentiellement trop nombreux pour pouvoir être identifiés à partir des valeurs moyennes. De ce fait, il se montre nécessaire d'alimenter la description des courbes d'auto-échauffement par des analyses des cartographies. Les sections suivantes présentent les résultats de ces analyses de cartographies obtenues à partir des mesures infrarouges, accompagnées par des observations de la microstructure.

#### 3.4.1 Essai d'auto-échauffement

La figure 3.33 présente les cartographies de l'amplitude de couplage thermoélastique obtenues à partir du protocole d'auto-échauffement classique. Le contraste apparent sur les premières cartographies reflète le motif de tissage visible sur la tranche observée.

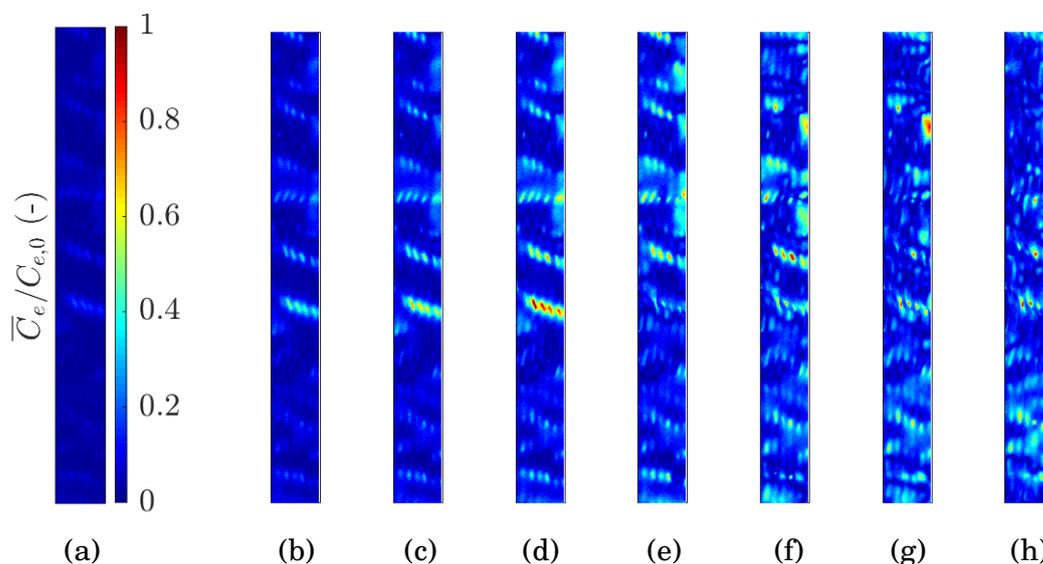


FIGURE 3.33 – Exemple de cartographies de couplage thermoélastique obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04 sollicitée selon le protocole d'auto-échauffement classique à une fréquence de 2 Hz : (a) 0.8 MPa/MPa, (b) 2 MPa/MPa, (c) 2.8 MPa/MPa, (d) 3.8 MPa/MPa, (e) 4.8 MPa/MPa, (f) 6 MPa/MPa, (g) 6.9 MPa/MPa, (h) 7.6 MPa/MPa.

La section 3.3.3.2 a mis en lumière une perte de linéarité perceptible sur la courbe de couplage thermoélastique à partir de l'amplitude de contrainte de 4 MPa/MPa (entre (d) et (e) sur la figure 3.33). En examinant les cartographies, il est possible de remarquer qu'à partir de cette valeur de contrainte, la distribution spatiale de l'amplitude du couplage thermoélastique commence à évoluer.

La figure 3.34 présente les cartographies d'énergie dissipée. On remarque que les valeurs identifiées sont faibles pour l'ensemble de la surface observée tant que les

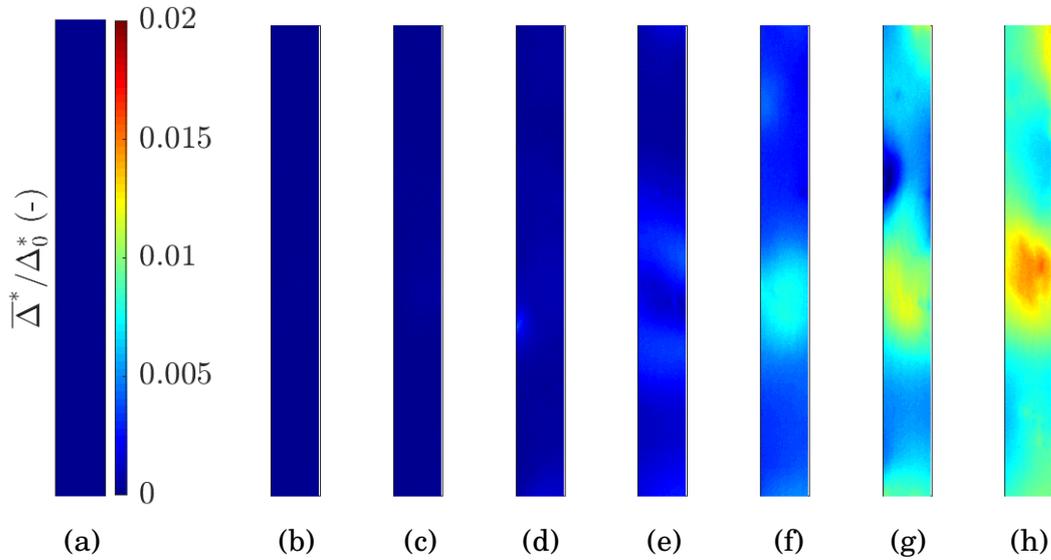


FIGURE 3.34 – Exemple de cartographies d'énergie dissipée obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04 sollicitée selon le protocole d'auto-échauffement classique à une fréquence de 2 Hz : (a) 0.8 MPa/MPa, (b) 2 MPa/MPa, (c) 2.8 MPa/MPa, (d) 3.8 MPa/MPa, (e) 4.8 MPa/MPa, (f) 6 MPa/MPa, (g) 6.9 MPa/MPa, (h) 7.6 MPa/MPa.

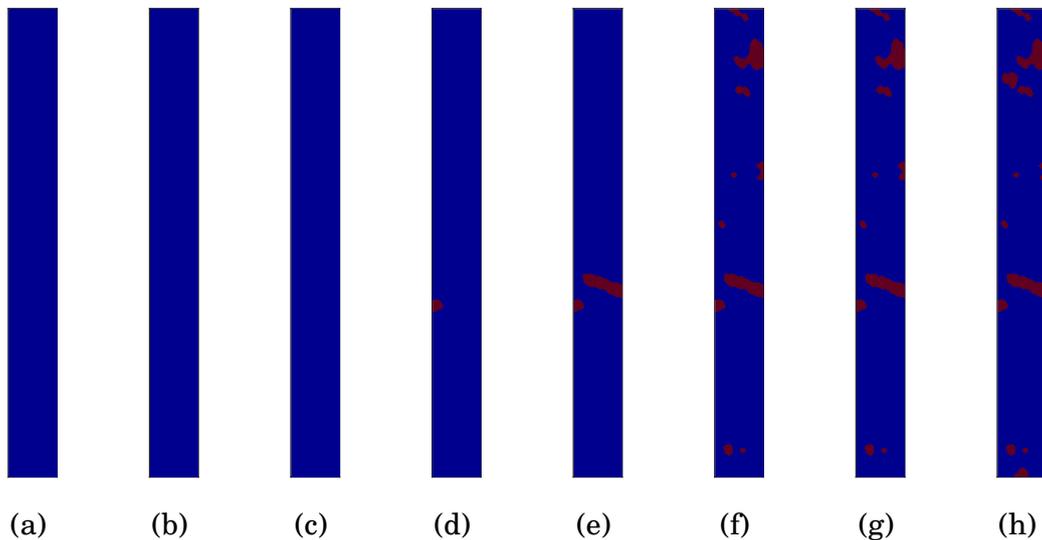


FIGURE 3.35 – Exemple de cartographies d'événements thermiques détectés sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04 selon la technique de détection basée sur le couplage thermoélastique : (a) 0.8 MPa/MPa, (b) 2 MPa/MPa, (c) 2.8 MPa/MPa, (d) 3.8 MPa/MPa, (e) 4.8 MPa/MPa, (f) 6 MPa/MPa, (g) 6.9 MPa/MPa, (h) 7.6 MPa/MPa.

amplitudes de contrainte restent inférieures à 4 MPa/MPa. Il est utile de rappeler que cette valeur correspond à la valeur de rupture de pente visible sur la courbe d'auto-échauffement, mentionnée dans la section 3.3.3.2. Les cartographies obtenues pour les amplitudes de contrainte supérieures à 4 MPa/MPa indiquent que la dissipation n'est pas répartie d'une manière homogène sur la surface observée. La partie centrale de la zone utile manifeste une dissipation plus élevée que le reste de la surface observée. Il est intéressant de remarquer que cette zone correspond à une zone affectée par la présence des événements thermiques comme le montre la figure 3.35.

#### 3.4.1.1 Lien vers la microstructure

La figure 3.36 donne un aperçu de l'évolution de l'état d'endommagement au cours d'un essai d'auto-échauffement.

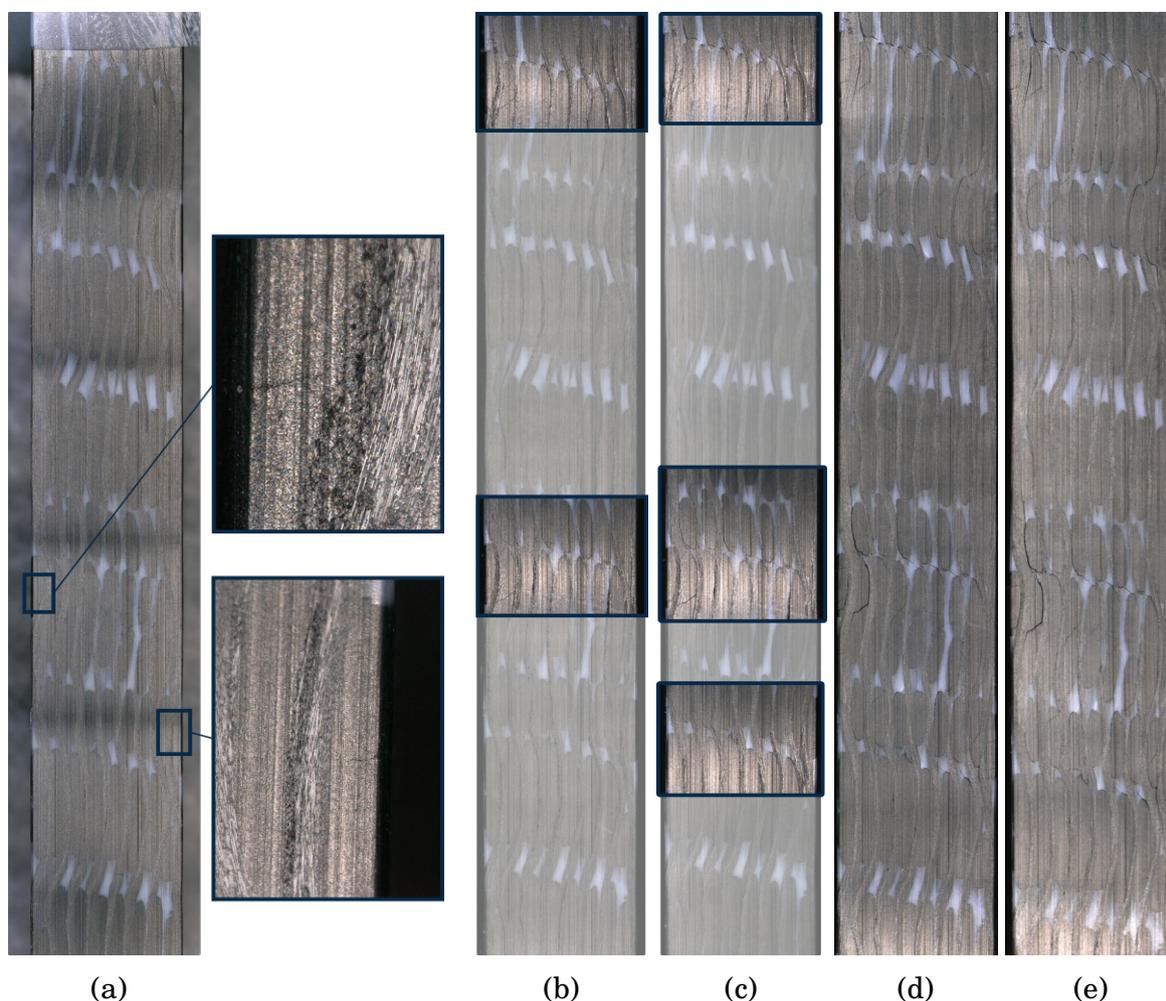


FIGURE 3.36 – Exemple de micrographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-BSN03-TE90-02 au cours d'un essai d'auto-échauffement : (a) 3.6 MPa/MPa, (b) 4.6 MPa/MPa, (c) 5.5 MPa/MPa, (d) 6.3 MPa/MPa, (e) 6.9 MPa/MPa.

Les observations surfaciques ont été réalisées par microscopie optique sur une éprouvette sens trame 8C. Le premier endommagement a été détecté en dessous du seuil correspondant à la rupture de pente de la courbe d'auto-échauffement (cf. figure 3.24a). Cet endommagement rentre dans la classe des microfissures et il a été initié sur le bord de l'éprouvette (cf. figure 3.36a). Cette localisation des premiers endommagements sur le bord a été constaté systématiquement par ce type d'observations pour nombreuses éprouvettes.

En augmentant l'amplitude de contrainte appliquée, les endommagements deviennent de plus en plus nombreux. Ces derniers ont tendance à se propager, ce qui est visible notamment dans les parties supérieure et centrale de la région d'intérêt (cf. figures 3.36b et 3.36c). Ces zones manifestent une forte progression des décohésions survenant, notamment, quand l'amplitude de la contrainte appliquée dépasse 5 MPa/MPa. Enfin, les derniers paliers montrent une accélération de la progression de l'état d'endommagement. Les microfissures ainsi que les décohésions sont maintenant présentes sur la majorité de la région d'intérêt et les endommagements majeurs deviennent visibles (cf. figures 3.36d et 3.36e).

### 3.4.2 Essai d'auto-échauffement inversé

Les cartographies d'énergie dissipée présentées sur la figure 3.37 montrent que la cartographie évaluée durant le premier palier diffère de celles obtenues pendant le reste de l'essai.

La figure 3.38 montre les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$ . Il est possible de constater que les localisations n'évoluent pas au cours de l'essai. Les cartographies révèlent des zones de localisation, relativement importantes et bien délimitées. En outre, en comparant les figures 3.37 et 3.38, il est possible de remarquer que la position de ces zones de localisation correspond à la position des zones présentant une énergie dissipée élevée.

#### 3.4.2.1 Lien vers la microstructure

Afin de mettre en évidence une éventuelle corrélation entre les zones de localisation observées sur les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$  et la microstructure (ou éventuellement l'état d'endommagement), l'éprouvette testée a été, à posteriori, analysée par micro-tomographie aux rayons X. La figure 3.39 met en parallèle une cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  avec la surface observée, obtenue à partir du volume reconstruit. Les détails (affichés sur les figures 3.39b et 3.39d) se focalisent sur les zones de pic mis en évidence par l'analyse des amplitudes à  $2 \times f$ . En examinant ces détails, il est possible de constater la présence de multiples fissures indiquant un état d'endommagement avancé. La superposition présentée sur la figure 3.39e permet de constater que les pics d'amplitudes à  $2 \times f$  coïncident avec certaines de ces fissures.

Pour obtenir un aperçu de la cinématique de différents mouvements relatifs qui peuvent se produire pour cet état d'endommagement lorsqu'un chargement est appliqué, il a été décidé d'effectuer des observations surfaciques *in-situ* supplémentaires. La peinture a été enlevée de la surface de l'éprouvette et cette dernière a ensuite été

### 3.4. Analyse des cartographies

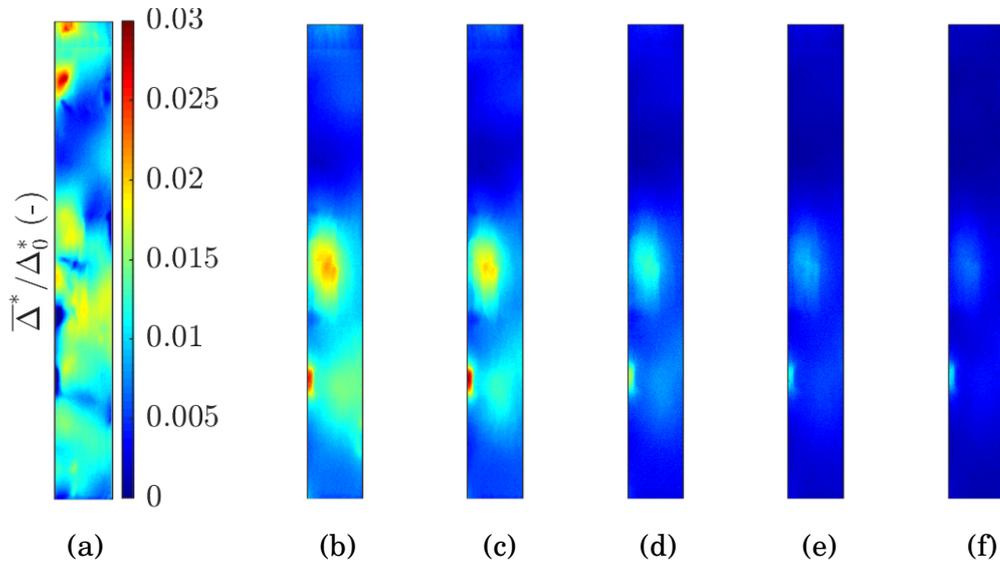


FIGURE 3.37 – Illustration de cartographies d'énergie dissipée obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-06 sollicitée selon le protocole inversé à une fréquence de 2 Hz : (a) 7 MPa/MPa, (b) 6.2 MPa/MPa, (c) 5.4 MPa/MPa, (d) 4.6 MPa/MPa, (e) 3.8 MPa/MPa, (f) 3 MPa/MPa.

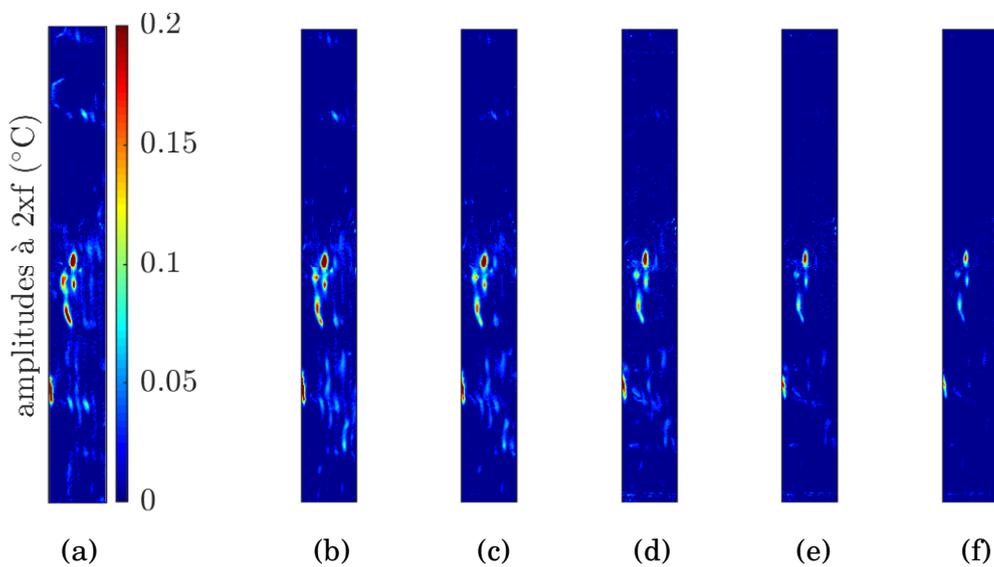


FIGURE 3.38 – Illustration de cartographies d'amplitudes à  $2 \times f$  obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-06 sollicitée selon le protocole inversé à une fréquence de 2 Hz : (a) 7 MPa/MPa, (b) 6.2 MPa/MPa, (c) 5.4 MPa/MPa, (d) 4.6 MPa/MPa, (e) 3.8 MPa/MPa, (f) 3 MPa/MPa.

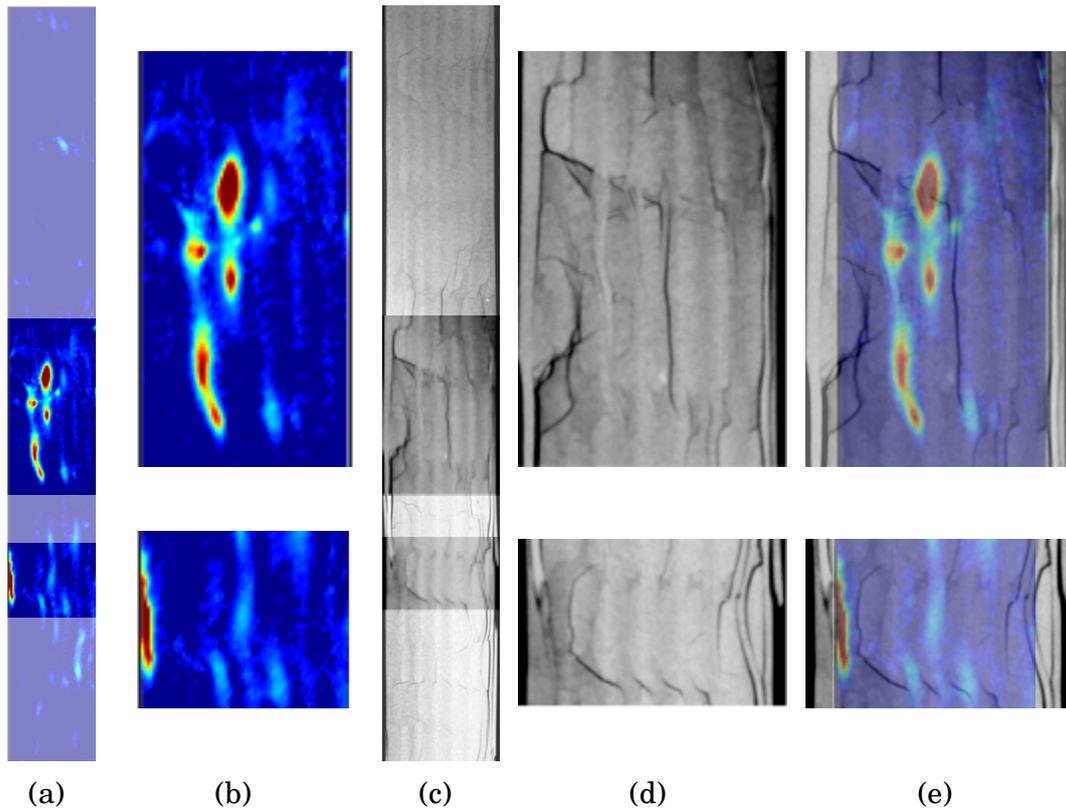


FIGURE 3.39 – Illustration de la cartographie d'amplitudes à  $2 \times f$  obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-06 et de la surface observée reconstruite à posteriori par micro-tomographie aux rayons X : (a) cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  obtenue pour une amplitude de contrainte de 6.2 MPa/MPa, (b) détail des zones de localisation présentes sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$ , (c) surface observée reconstruite par micro-tomographie aux rayons X, (d) surface reconstruite correspondant aux zones de localisation, (e) superposition des zones de localisation avec la surface reconstruite.

resserrée dans les mors de la machine pour que des chargements supplémentaires puissent être appliqués.

Les figures 3.40 et 3.41 montrent les micrographies des deux zones de localisation présentes sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  (cf. figure 3.39b). En ce qui concerne la zone détaillée sur la figure 3.40, celle-ci montre multiple mouvements, qui se produisent lors de l'application de la contrainte, cependant leur cinétique est relativement complexe. Il est alors, dans ce cas, plus compliqué de repérer les mouvements relatifs qui pourraient coïncider avec les endroits manifestant des amplitudes à  $2 \times f$  élevées. La figure 3.41 dévoile, quant à elle, un lien évident entre le pic des amplitudes à  $2 \times f$  et des mouvements relatifs qui se produisent entre le toron longitudinal et son voisinage.

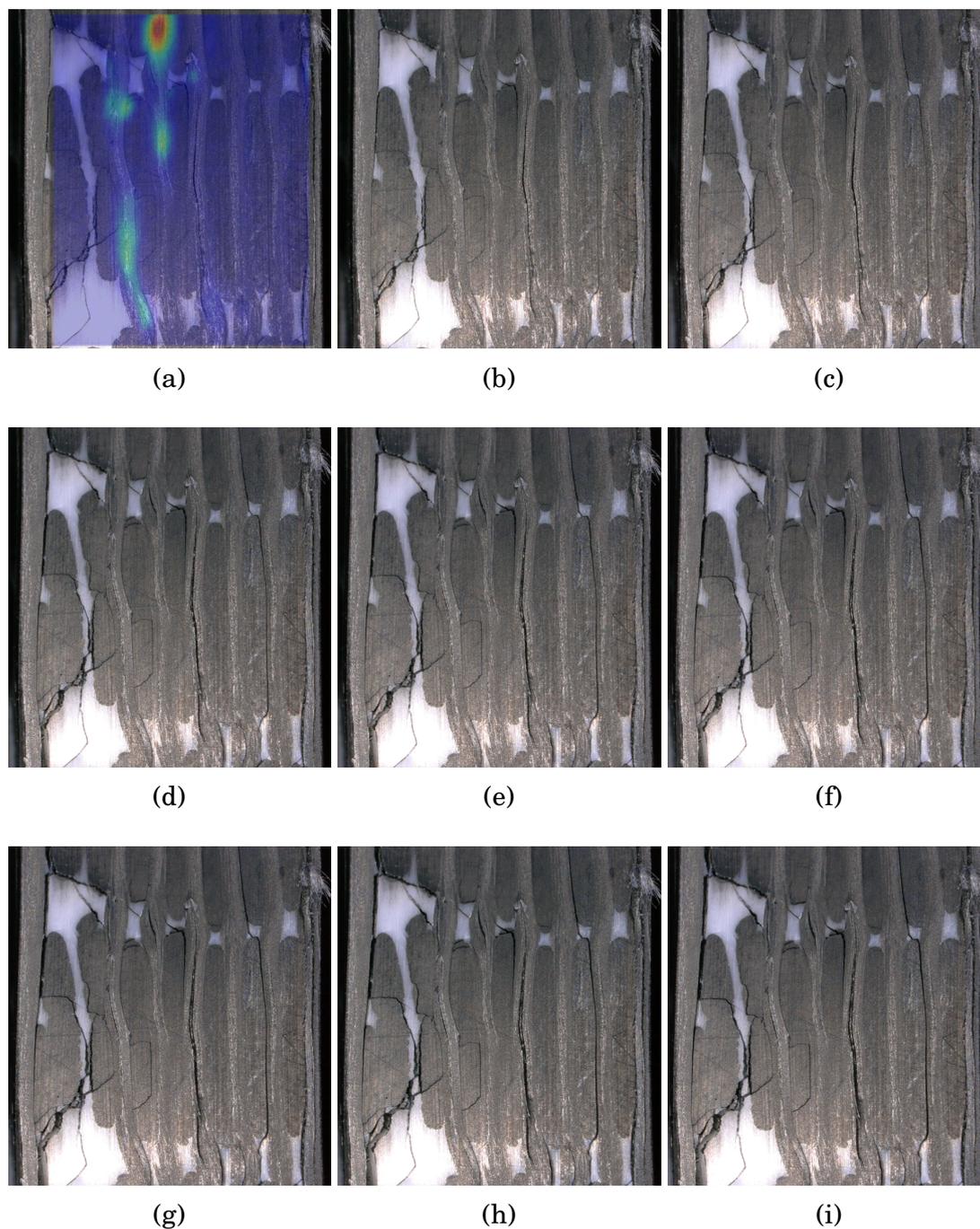


FIGURE 3.40 – Illustration de micrographies de la surface correspondant à une zone de localisation présente sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  : (a) superposition de la micrographie obtenue à l'état non-chargé avec la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$ . Micrographie obtenue pour une contrainte de (b) 0.25 MPa/MPa, (c) 0.73 MPa/MPa, (d) 1.23 MPa/MPa, (e) 1.47 MPa/MPa, (f) 1.71 MPa/MPa, (g) 1.96 MPa/MPa, (h) 2.2 MPa/MPa, (i) 2.45 MPa/MPa.

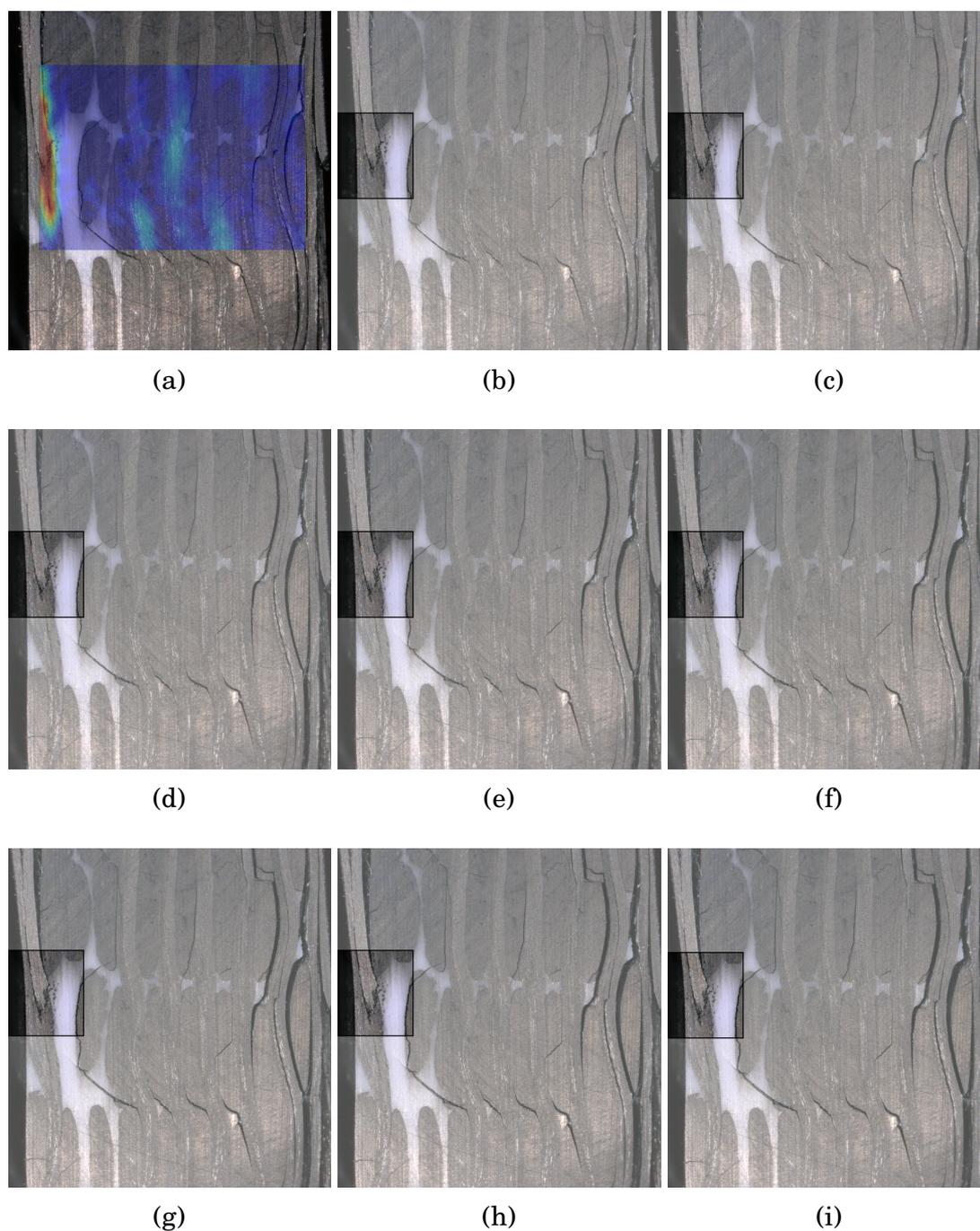


FIGURE 3.41 – Illustration de micrographies de la surface correspondant à une zone de localisation présente sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  : (a) superposition de la micrographie obtenue à l'état non-chargé avec la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$ . Micrographie obtenue pour une contrainte de (b) 0.25 MPa/MPa, (c) 0.73 MPa/MPa, (d) 1.23 MPa/MPa, (e) 1.47 MPa/MPa, (f) 1.71 MPa/MPa, (g) 1.96 MPa/MPa, (h) 2.2 MPa/MPa, (i) 2.45 MPa/MPa.

### 3.4.3 Essai d'auto-échauffement progressif

Cette section analyse des cartographies obtenues lors des trois séquences de chargements d'amplitudes croissantes et décroissantes réalisées pendant l'essai d'auto-échauffement progressif (cf. figures 3.26 et 3.27).

Seul un événement a été détecté durant la première séquence de chargement (aller-retour jusqu'à 2.6 MPa/MPa). Celui-ci est d'une intensité relativement faible comme illustre la figure 3.42. En observant le détail de la micrographie de l'éprouvette vierge, il est possible de déterminer la position de cet événement. Il correspond à une poche de résine localisée sur le bord de l'éprouvette. La section 3.3.3.4 a montré que la courbe d'auto-échauffement ne présente aucun effet d'hystérésis pour les niveaux de contrainte appliqués durant la première séquence. Il en ressort que cet événement précoce n'a pas d'influence sur la valeur moyenne de l'énergie dissipée.

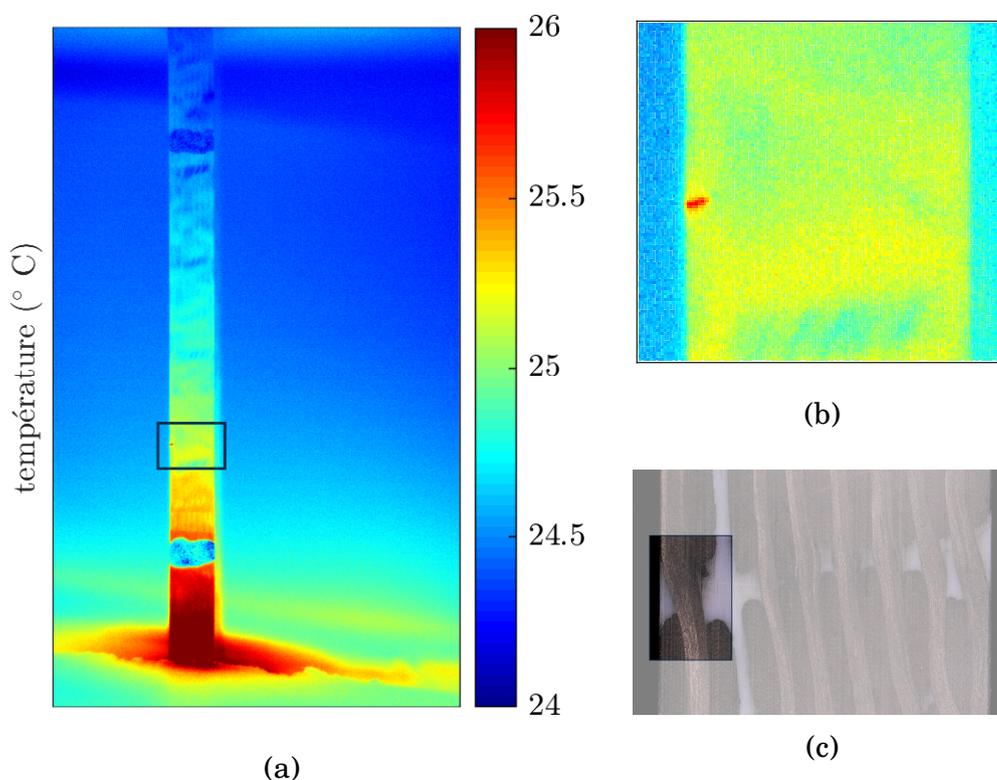


FIGURE 3.42 – Illustration d'un événement thermique détecté durant la première séquence de chargements réalisée pendant l'essai d'auto-échauffement progressif effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-07.

La figure 3.43 illustre les résultats obtenus durant la deuxième séquence réalisée (aller-retour jusqu'à 5 MPa/MPa). La figure 3.43a repère tous les événements détectés jusqu'à ce niveau de contrainte (et par conséquent durant toute la séquence puisque les paliers d'amplitudes décroissantes n'introduisent pas de nouveaux endommagements).

Les figures 3.43b et 3.43c présentent les cartographies d'énergie dissipée et des amplitudes à  $2 \times f$  obtenues durant le premier palier à 3.4 MPa/MPa, effectué durant la deuxième demi-séquence de chargement croissante (cf. figure 3.20c). Les figures 3.43d et 3.43e présentent ces mêmes cartographies obtenues durant le deuxième palier à 3.4 MPa/MPa, effectué durant la deuxième demi-séquence de chargement décroissante. En comparant les cartographies d'énergie dissipée, il est possible de constater une nette augmentation de la dissipation qui semble être corrélée avec les zones affectées par les événements thermiques. Il est à préciser que la hausse exprimée sur les cartographies d'énergie dissipée se traduit par l'effet d'hystérésis de la courbe d'auto-échauffement constaté dans la section 3.3.3.4. Quant aux cartographies des amplitudes à  $2 \times f$ , les valeurs évaluées restent insignifiantes pour les deux paliers présentés.

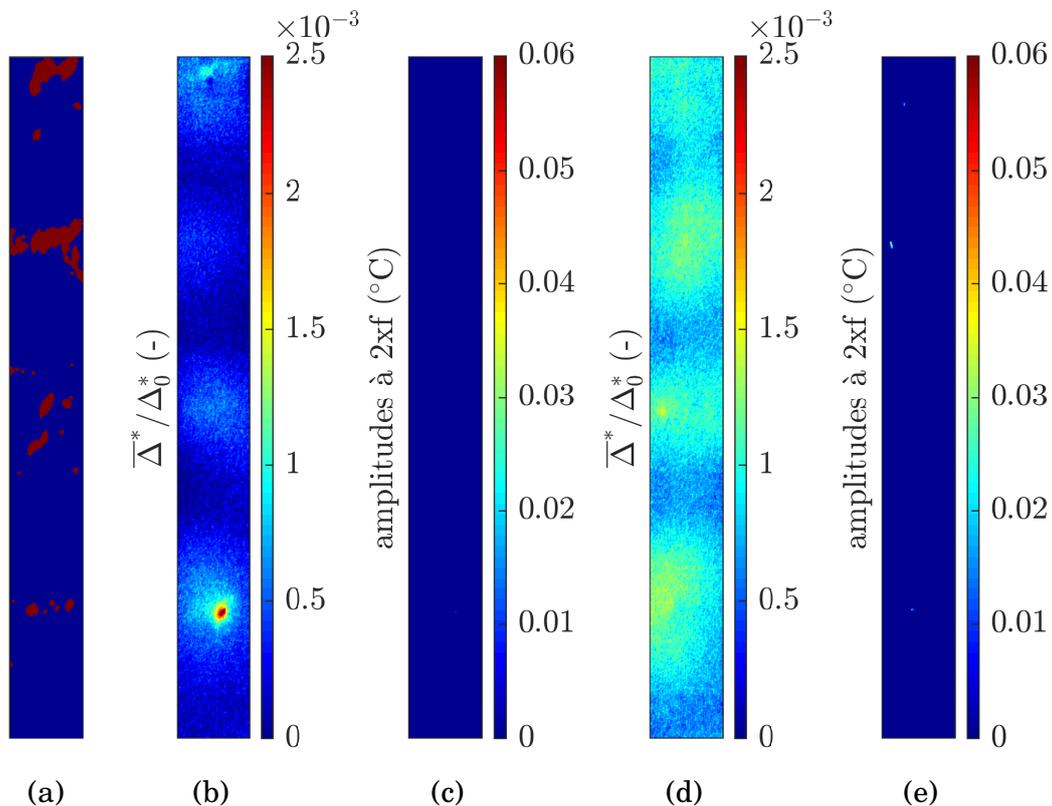


FIGURE 3.43 – Résultats associés à la deuxième séquence de chargement réalisée pendant l'essai d'auto-échauffement progressif effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-07 : (a) cartographie d'événements thermiques détectés jusqu'à l'amplitude de contrainte de 5 MPa/MPa, cartographie d'énergie dissipée (b) et d'amplitudes à  $2 \times f$  (c) évaluée durant le premier palier à 3.4 MPa/MPa. Cartographie d'énergie dissipée (d) et d'amplitudes à  $2 \times f$  (e) évaluée durant le deuxième palier à 3.4 MPa/MPa.

La figure 3.44 affiche les résultats obtenus durant la dernière séquence (aller-retour jusqu'à 7.3 MPa/MPa). La figure 3.44a montre la progression des endommagements jusqu'au palier d'amplitude de contrainte maximale. En analysant les cartographies 3.44b et 3.44d, l'augmentation de l'énergie dissipée ne se fait pas d'une manière uniforme mais est majoritairement localisée dans la zone en haut à gauche. La cartographie d'événements thermiques révèle que cette zone a connu un développement important d'endommagement. En outre, cette zone coïncide avec une zone nettement visible sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  visible sur la figure 3.44e.

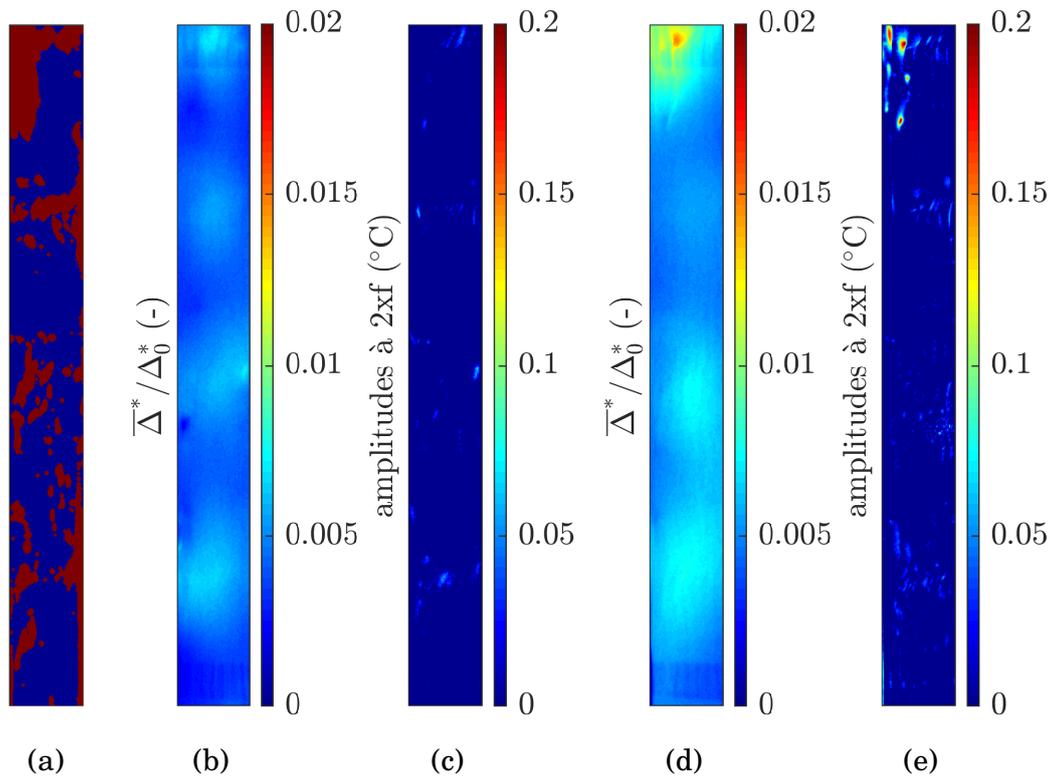


FIGURE 3.44 – Résultats associés à la troisième séquence de chargement réalisée pendant l'essai d'auto-échauffement progressif effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-07 : (a) cartographie d'événements thermiques détectés jusqu'à l'amplitude de contrainte de 7.3 MPa/MPa, cartographie d'énergie dissipée (b) et d'amplitudes à  $2 \times f$  (c) évaluée durant le premier palier à 5.8 MPa/MPa. Cartographie d'énergie dissipée (d) et d'amplitudes à  $2 \times f$  (e) évaluée durant le deuxième palier à 5.8 MPa/MPa.

### 3.4.4 Observations mésoscopiques

Les observations mésoscopiques sont effectuées avec l'objectif Mx1 (cf. section 2.2.5.2). Celles-ci ont pour but de fournir des champs de température locaux. Ce type d'observations est souvent réalisé sur des éprouvettes non peintes afin de faciliter l'investigation

du lien entre la signature thermomécanique et la microstructure par l'utilisation simultanée d'une caméra infrarouge et d'un microscope optique. Les sections suivantes détaillent les résultats obtenus.

### 3.4.4.1 Essai d'auto-échauffement

Afin de mieux comprendre l'accélération de l'augmentation de l'énergie dissipée, un nouvel essai a été réalisé. Ce dernier cherche à balayer la région d'intérêt par des observations infrarouges mésoscopiques pour pouvoir évaluer des cartographies locales. L'amplitude de contrainte choisie pour les chargements cycliques appliqués est de 3.7 MPa/MPa, ce qui est légèrement inférieur au seuil correspondant à la rupture de pente (4 MPa/MPa) comme le rappelle la figure 3.45. Pour garder une vision globale, deux observations macroscopiques sont effectuées au début de l'essai, la première sur la tranche et la seconde sur la face. Celles-ci sont suivies par des observations mésoscopiques. À la fin de l'essai, la surface de l'éprouvette est examinée par microscopie optique pour détecter des éventuelles fissures qui se sont produites au cours des chargements. Le protocole mécanique est illustré schématiquement sur la figure 3.46.

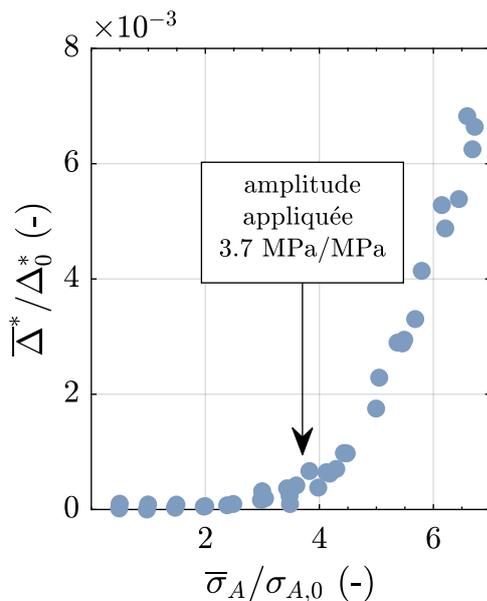


FIGURE 3.45 – Amplitude de contrainte appliquée pour les observations mésoscopiques vis-à-vis de l'ensemble des courbes d'auto-échauffement

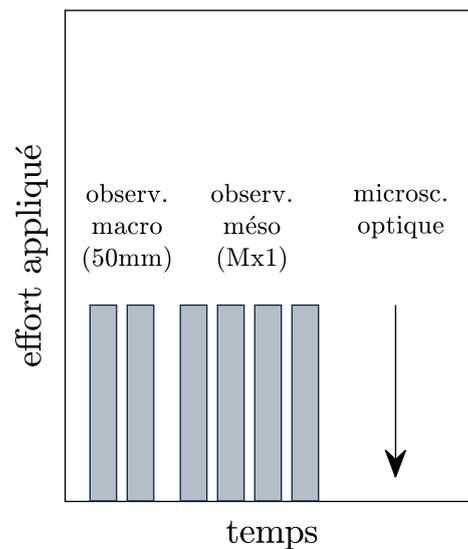


FIGURE 3.46 – Illustration du protocole mécanique appliqué pour les observations mésoscopiques

### Observations mésoscopiques effectuées sur la face

La figure 3.47 présente les cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée obtenues sur face de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01, avec en parallèle une micrographie de la surface investiguée. Le contraste perceptible sur la cartographie de couplage est relié au motif de tissage. Les torons longitudinaux sont facile à repérer,

les torons transversaux sont, quant à eux, plus difficiles à distinguer, notamment par rapport aux poches de résine. Bien que la cartographie d'énergie dissipée manifeste des zones d'énergie dissipée plus ou moins élevée, celles-ci sont diffuses et le contraste global ne reflète pas de motif particulier.

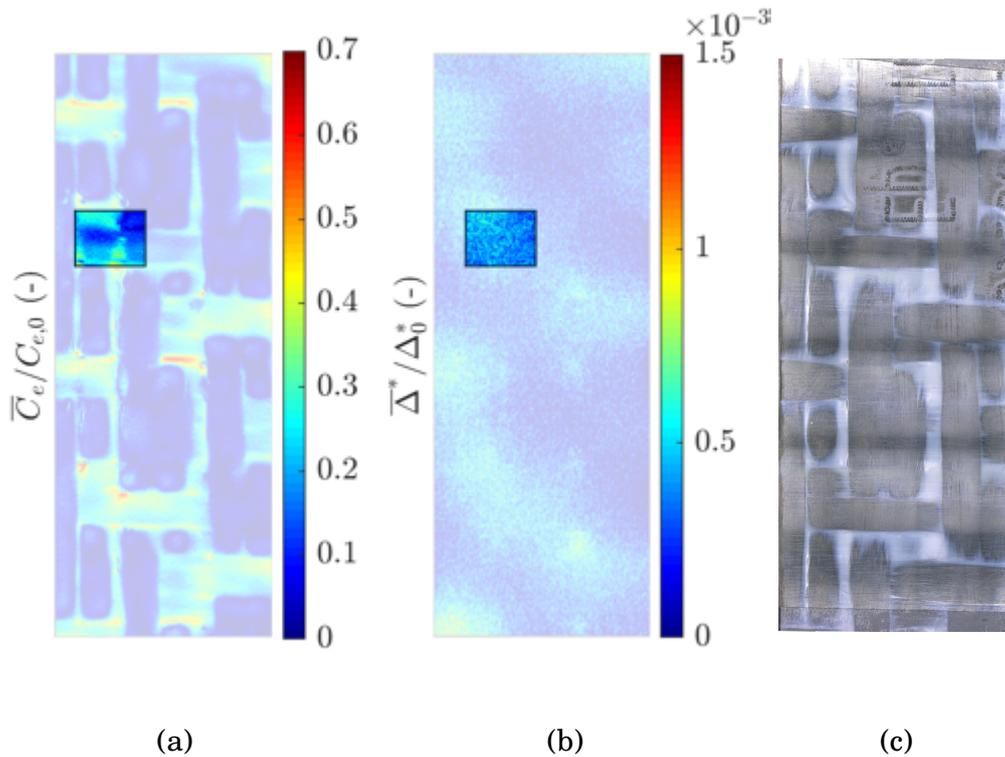


FIGURE 3.47 – Résultats des observations macroscopiques effectuées sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01 pour une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa : (a) cartographie de couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) micrographie de la face observée.

L'observation choisie pour illustrer l'effet de l'endommagement sur la réponse thermomécanique se concentre sur la zone délimitée par le cadre visible sur les figures 3.47a et 3.47b. Les résultats issus des observations mésoscopiques sont présentés sur la figure 3.48. Le rectangle apparent dans le coin supérieur droit des cartographies mésoscopique correspond au marqueur utilisé pour la compensation de mouvement.

La figure 3.48d révèle la position de la fissure présente dans la zone observée. Celle-ci traverse le toron transversal affichée sur la photo. La signature de cette fissure peut être repérée sur la cartographie de couplage thermoélastique qui dévoile un trait foncé dont la position correspond, à la position de la fissure (cf. figure 3.48a). Quant aux cartographies d'énergie dissipée et d'amplitudes à  $2 \times f$ , ces dernières ne semblent pas être affectées par la présence de la fissure.

La cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  n'apporte pas d'informations pertinentes pour cette configuration car elle reflète uniquement du bruit lié à la résolution thermique des mesures. Quant aux cartographies de couplage et d'énergie dissipée, celle-ci exposent globalement les mêmes tendances que les zones correspondantes situées sur les cartographies macroscopiques. Dans ce contexte, il est alors possible de constater que les observations mésoscopiques effectuées sur la face n'apportent pas d'informations supplémentaires par rapport aux observations macroscopique pour ce niveau de contrainte appliquée ( $\sigma_A = 3.7 \text{ MPa/MPa}$ ).

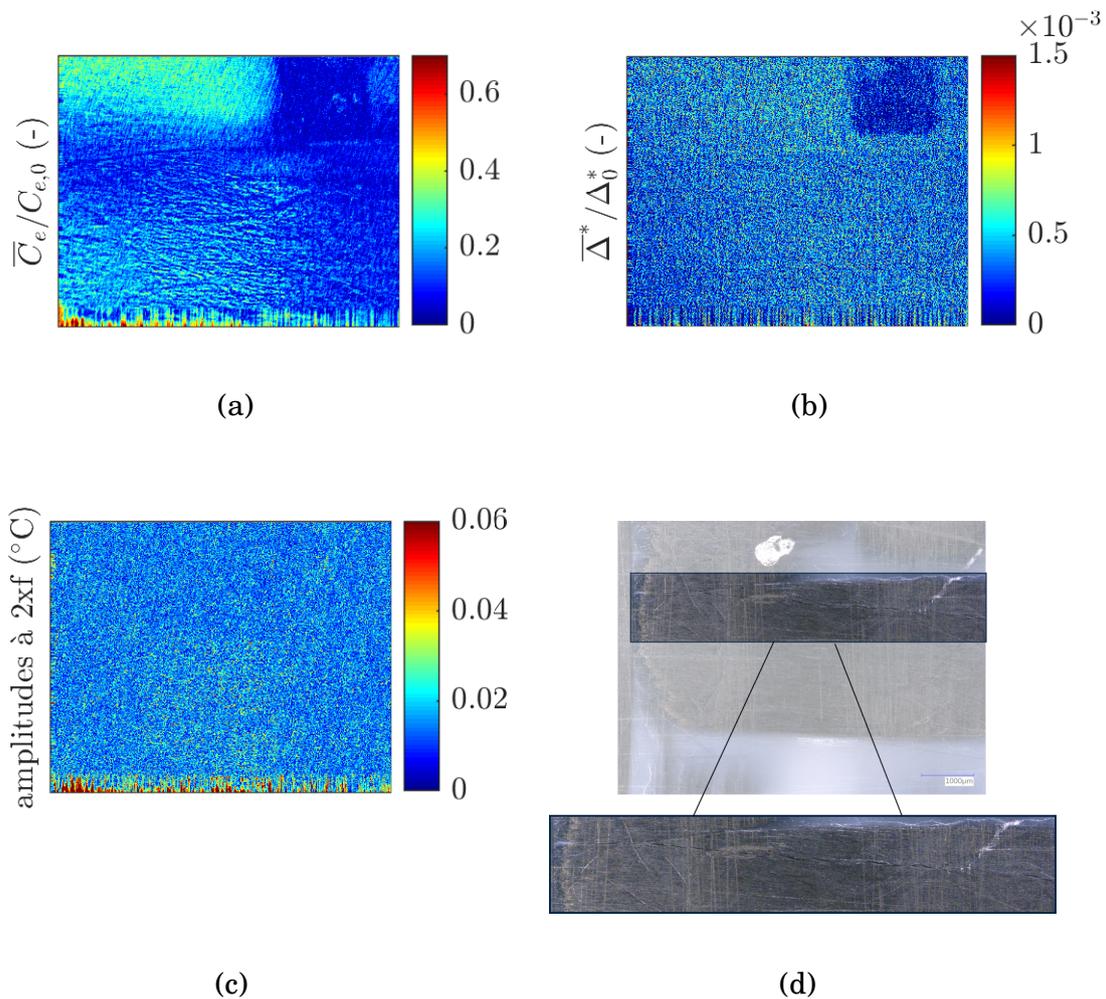


FIGURE 3.48 – Résultats des observations mésoscopique effectuées sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01 pour une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa : (a) cartographie de couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) cartographie des amplitudes à  $2xf$ , (d) micrographie de la fissure présente dans la zone investiguée.

### Observations mésoscopiques effectuées sur la tranche

La figure 3.49 présente les résultats des observations macroscopiques effectuées sur la tranche. Il est encore possible de repérer l'influence du motif de tissage sur le couplage thermoélastique. Cependant, la corrélation semble être moins directe que dans le cas des observations réalisées sur la face. La cartographie d'énergie dissipée se montre, à nouveau, plus diffuse sans motif net.

Les zones de localisation horizontales possédant un couplage thermoélastique élevé semblent être corrélées avec les poches de résine visibles sur la photo de la tranche observée. Afin de mettre en évidence ce lien, une cartographie de couplage thermoélastique obtenue à partir des observations mésoscopiques est mise en vis-à-vis de la microstructure sur la figure 3.50. La zone investiguée correspond à la zone encadrée en haut de la figure 3.49a. La superposition illustre clairement que les endroits de localisation perceptibles sur la cartographie de couplage coïncident avec les poches de résine.

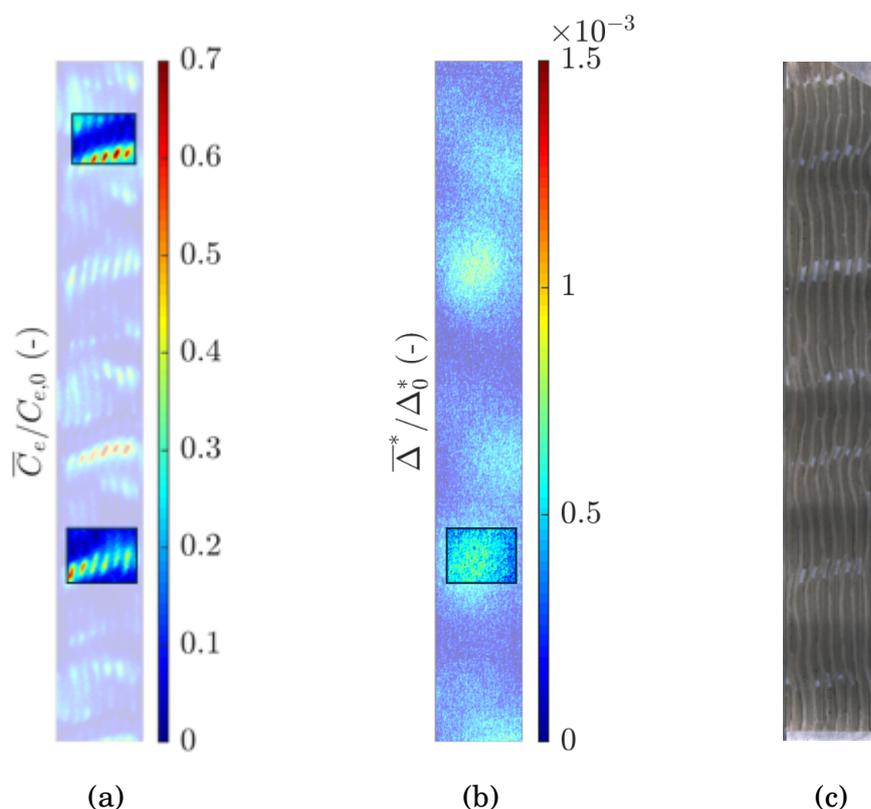


FIGURE 3.49 – Résultats des observations macroscopiques effectuées sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01 pour une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa : (a) cartographie de couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) micrographie de la tranche observée.

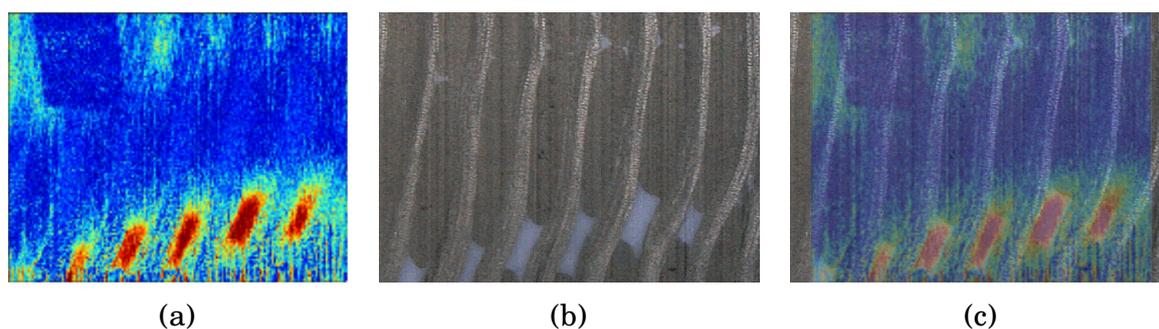


FIGURE 3.50 – Illustration d’une cartographie de couplage thermoélastique obtenue sur la tranche de l’éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01 pour une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa en parallèle avec le détail du motif de tissage associé.

La deuxième zone investiguée par les observations mésoscopiques se situe en bas de la région d’intérêt, schématiquement délimitée par les rectangles présentés sur les figures 3.49a et 3.49b. La figure 3.51d montre les fissures présentes dans cette région. Il est possible de distinguer plusieurs microfissures qui se sont initiées à l’interface entre les torons et la résine. En outre, une de ces fissures s’est propagée au travers de la poche de résine (la deuxième à partir de la gauche sur la figure 3.51d). Cette configuration s’avère particulièrement intéressante parce qu’elle permet d’examiner l’influence de la fissure sur la signature thermomécanique.

En analysant la figure 3.51a, il est possible de constater une diminution de l’amplitude du couplage reliée à la fissuration de la résine. Comme souligné précédemment, les poches de résine présentent un couplage thermoélastique élevé. La faible contribution du couplage thermoélastique à cet endroit s’explique de manière logique par la présence de la fissure. Ce phénomène peut aussi être mis en évidence par la comparaison de la cartographie mésoscopique avec la zone correspondante sur la cartographie macroscopique puisque cette dernière a été évaluée sur une surface non fissurée. Cette comparaison dévoile également une diminution du couplage thermoélastique localisée dans la poche de résine fissurée.

En ce qui concerne la cartographie mésoscopique d’énergie dissipée (cf. figure 3.51b), celle-ci permet également de repérer la signature de la fissure. En outre, en comparant l’énergie dissipée obtenue à partir des observations mésoscopiques avec celle obtenues à partir des observations macroscopiques, il est possible de constater une augmentation évidente suite à la fissuration, captée par la cartographie mésoscopique.

La cartographie d’amplitudes à  $2 \times f$ , quant à elle, ne montre pas de signes de localisation liée à la fissuration de la résine. Bien qu’il soit possible de constater des amplitudes plus importantes dans le bas de la cartographie, cette augmentation ne paraît pas être causée par la fissuration. Par ailleurs, il est toujours possible de remarquer le bruit présent sur l’ensemble de la cartographie.

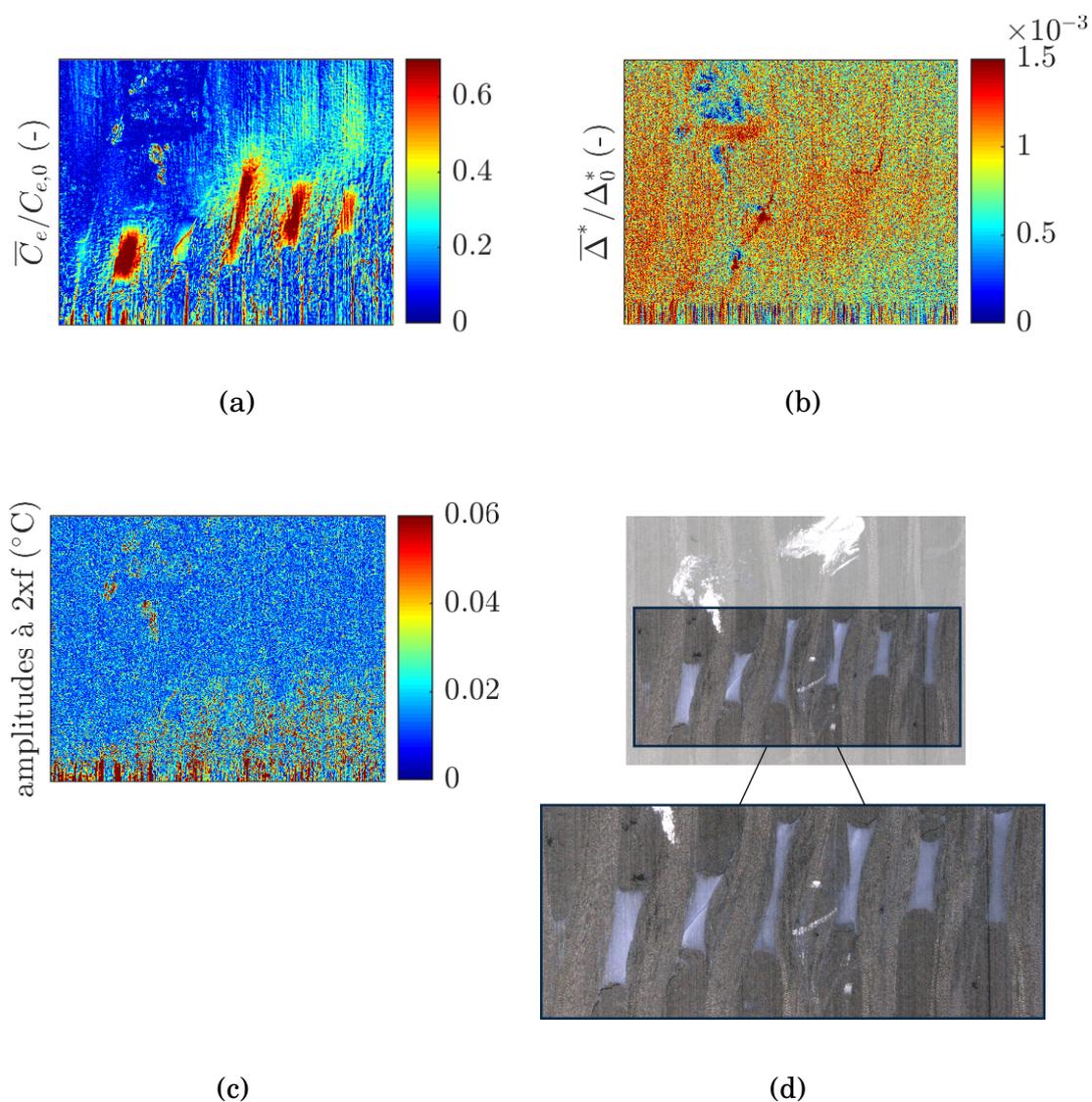


FIGURE 3.51 – Résultats des observations mésoscopique effectuées sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-01 pour une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa : (a) cartographie de couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) cartographie d'amplitudes à  $2 \times f$ , (d) micrographie de la fissure présente dans la zone investiguée.

### 3.4.4.2 Essai inversé

Les observations mésoscopiques réalisées après un essai d'auto-échauffement inversé ont pour objectif de permettre de mieux étudier les zones de localisation apparaissant sur les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$ . Comme l'éprouvette utilisée pour ce type d'observations n'est pas peinte, il est possible d'observer l'évolution des champs de température et de déplacement au voisinage des fissures. En outre, les observations *in-situ*, réalisées avec le microscope au cours de l'essai, facilitent le repérage des fissures.

La figure 3.52 présente la courbe d'auto-échauffement obtenue, en comparaison avec les courbes d'auto-échauffement obtenues précédemment avec le protocole inversé. Il est possible d'observer une bonne répétabilité malgré l'absence de la peinture. La figure 3.53 montre les cartographies évaluées pour le deuxième palier de chargement. À nouveau, il est possible de constater une corrélation entre les pics observés sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$  et les zones d'énergie dissipée élevée. Néanmoins les pics d'amplitudes à  $2 \times f$  sont plus nets. La zone investiguée par des observations mésoscopiques se trouve dans le coin supérieur droit (cf. figure 3.53c). La figure 3.54 montre le détail de cette zone. La micrographie confirme la présence d'une fissure millimétrique.

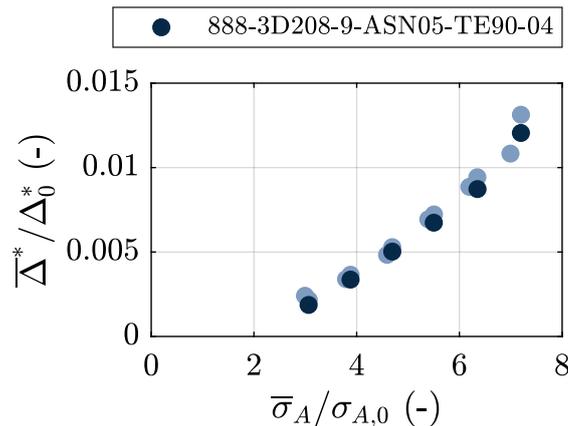


FIGURE 3.52 – Courbe d'auto-échauffement obtenue sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-04 sollicitée avec un protocole d'auto-échauffement inversé à une fréquence de 2 Hz.

Les observations visant la zone de localisation ont été effectuées après l'essai d'auto-échauffement inversé. Le niveau de contrainte appliquée correspond au deuxième palier de l'essai considéré (6.3 MPa/MPa). La figure 3.55 présente six images obtenues durant un cycle mécanique. Les translations ont été compensées en utilisant le marqueur situé dans le coin supérieur gauche (cf. figure 3.54c). En observant les images, il est possible de remarquer des mouvements relatifs entre le toron d'intérêt (cf. figure 3.54b) et son voisinage. Afin de confirmer l'importance de la composante à  $2 \times f$ , l'évolution de la température d'un pixel situé dans la zone affectée (cf. figure 3.55a) est tracée sur la figure 3.56. Cette dernière montre clairement que la température augmente et diminue deux fois au cours d'un seul cycle mécanique.

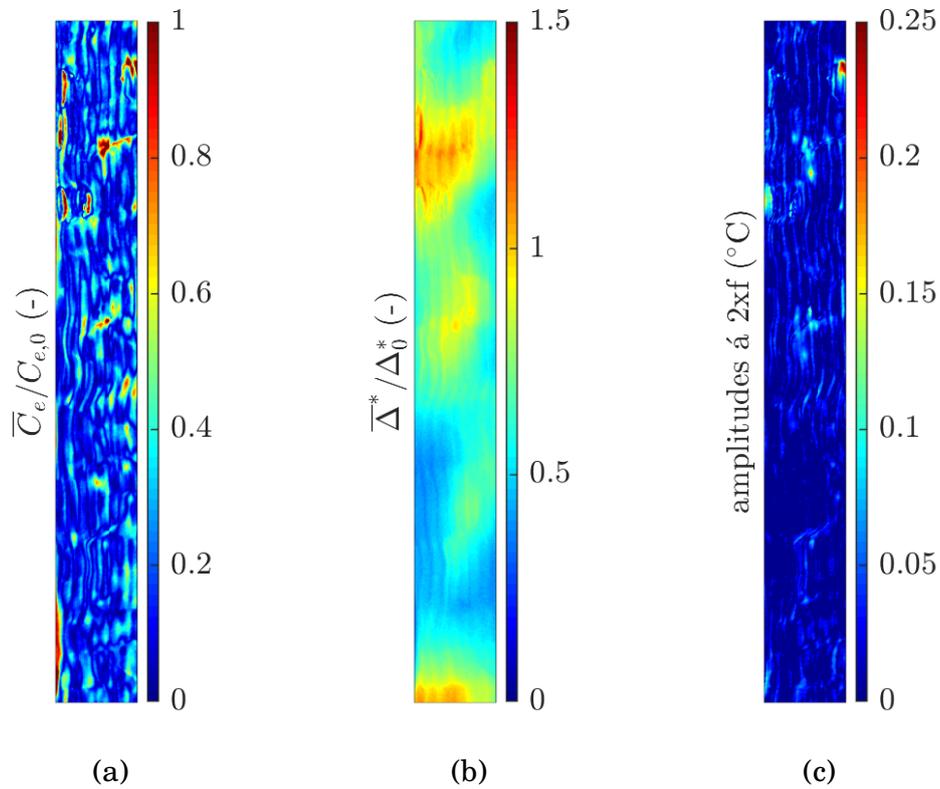


FIGURE 3.53 – Cartographies obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-04 sollicitée à une fréquence de 2 Hz avec une amplitude de contrainte de 6.4 MPa/MPa : (a) cartographie de couplage thermoélastique, (b) cartographie d'énergie dissipée, (c) cartographie des amplitudes à  $2xf$ .

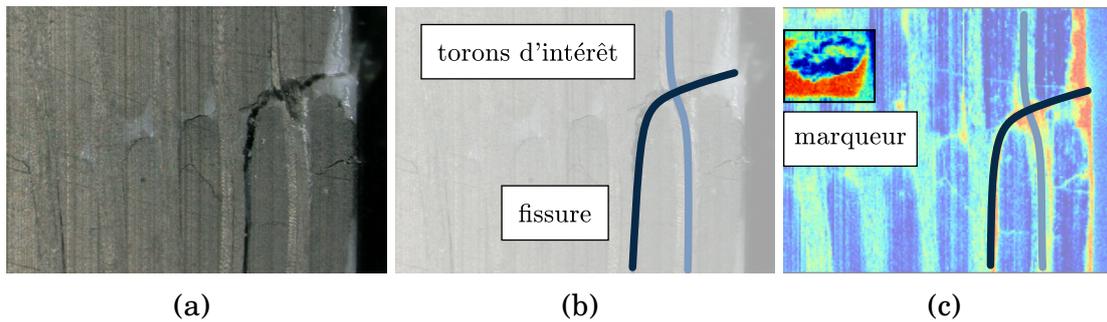


FIGURE 3.54 – Observations surfaciques de la zone de localisation identifiée sur la cartographie des amplitudes à  $2xf$  : (a) observations de microscope, (b) illustration des éléments d'intérêt, (c) observation infrarouge.

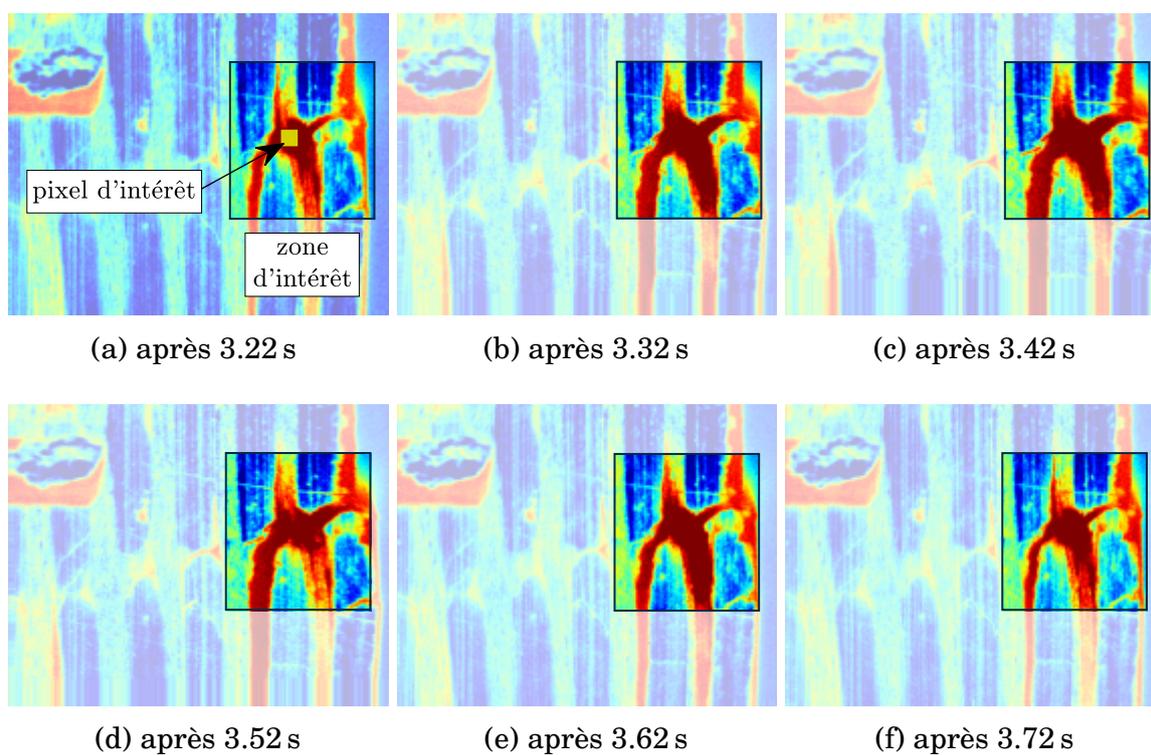


FIGURE 3.55 – Observations ciblées de la zone présentant une forte intensité des amplitudes à 2xf.

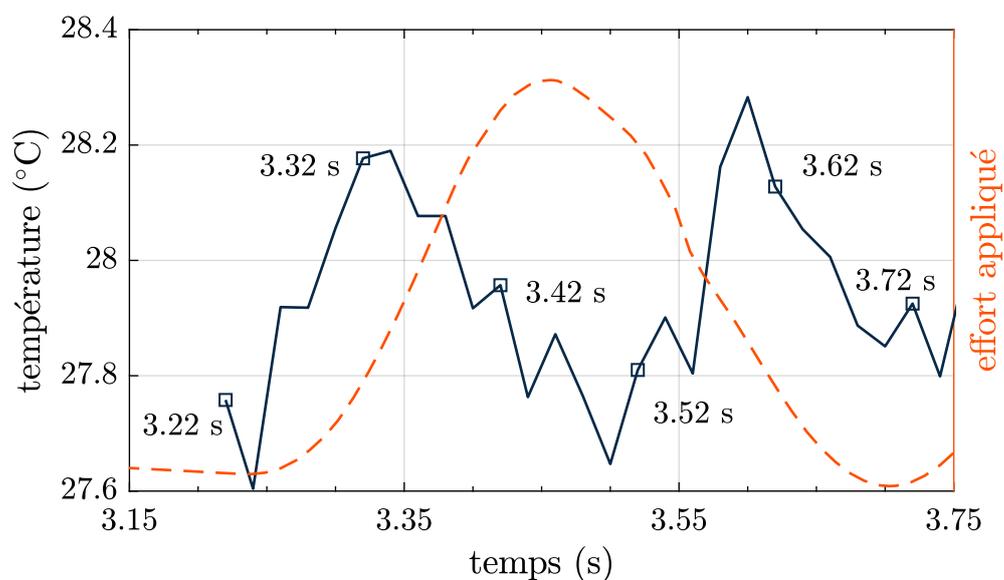


FIGURE 3.56 – Évolution de la température du pixel d'intérêt localisé dans la zone endommagée.

## 3.4.5 Bilan et discussions

### 3.4.5.1 Essai d'auto-échauffement

Les analyses des cartographies permettent de mettre en évidence le caractère non homogène de la réponse thermomécanique du matériau étudié. Les premières cartographies de couplage thermoélastique, obtenues sur l'éprouvette non endommagée, reflètent nettement le motif de tissage visible sur la surface observée. Les observations mésoscopiques ont, par ailleurs, montré que les poches de résine présentent une amplitude de couplage importante. Comme la valeur de cette contribution dépend de l'état de contrainte local, les cartographies obtenues expérimentalement peuvent être utilisées pour la comparaison avec des simulations numériques à l'échelle mésoscopique. Les changements de contraste visibles pour les amplitudes de contrainte supérieures à 4 MPa/MPa traduisent la progression de l'état d'endommagement. En effet, les fissures créées dans le matériau modifient la distribution de contraintes. De ce fait, il n'est pas surprenant que la progression de l'état d'endommagement se traduise sur les champs de couplage thermoélastique. En outre, ce phénomène a pu être confirmé aussi à l'échelle locale avec des observations mésoscopiques.

Les cartographies d'énergie dissipée confirment que la dissipation devient plus importante pour les contraintes supérieures à 4 MPa/MPa. Pour les plus hauts niveaux de contrainte, les cartographies dévoilent également la nature non homogène de la dissipation. La dissipation élevée se localise dans une zone affectée par des événements thermiques qui sont des marqueurs d'endommagement. Les cartographies d'événements thermiques signalent des endommagements durant le quatrième palier de chargement (3.8 MPa/MPa). Le début de l'augmentation de l'énergie dissipée locale peut être ensuite observé à partir du cinquième palier (4.8 MPa/MPa). Cette corrélation observée à l'échelle des cartographies raffine la conclusion de la section 3.3.5.2 qui indique que les endommagements créés dans le matériau provoquent une augmentation de l'énergie dissipée. Par ailleurs, cette augmentation de l'énergie dissipée provoquée par des endommagements a été constatée également sur des observations mésoscopiques. Il est à noter, enfin, que cette augmentation observée pour l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa n'était pas accompagnée d'une localisation visible sur la cartographie mésoscopique des amplitudes à  $2 \times f$ .

### 3.4.5.2 Essai d'auto-échauffement inversé

Les sections 3.3.3.3 et 3.3.4.4 ont montré qu'au cours d'un essai d'auto-échauffement inversé, la majorité des endommagements sont créés durant le premier palier. Cette conclusion est cohérente avec les analyses des cartographies obtenues à partir des observations macroscopiques. La section 3.4.2 montre que la première cartographie d'énergie dissipée diffère de celles obtenues durant les paliers suivants. En effet, l'énergie dissipée évaluée durant le premier palier est majoritairement liée à la création des endommagements alors que les paliers suivants reflètent plutôt les effets secondaires des endommagements introduits précédemment. De ce fait, il est possible d'observer qu'à partir du deuxième palier, les valeurs de l'énergie dissipée diminuent mais la distribution de l'énergie dissipée n'évolue pas.

Les analyses de la microstructure ont montré que les pics d'amplitudes à  $2 \times f$  coïncident avec certaines fissures. Cette observation supporte l'hypothèse que les amplitudes à  $2 \times f$  sont la signature thermique des frottements. Bien que ces derniers soient conditionnés par la présence des fissures, il est nécessaire de rappeler que ce sont les mouvements relatifs des surfaces libres qui peuvent provoquer des frottements sous chargements appliqués. De ce fait, la présence d'une fissure s'avère être une condition nécessaire mais pas suffisante. En effet, la superposition de la cartographie d'amplitudes à  $2 \times f$  avec l'image de la surface observée a révélé plusieurs fissures qui n'étaient liées à aucun pic d'amplitude à  $2 \times f$ . Pour pouvoir prédire quelles fissures ont le potentiel de froter, il serait nécessaire d'avoir une description fine de la cinématique sous chargements cycliques. Néanmoins, celle-ci ne peut pas être mise en évidence par une tomographie réalisée à posteriori. Une tomographie *in-situ* pourrait constituer une preuve robuste et directe. Toutefois, ce type d'observation a pas été réalisé dans le cadre de la thèse. Faute de cet élément de validation, un aperçu de la cinématique a été obtenu à partir des observations surfaciques. Ces dernières ont confirmé la présence de plusieurs mouvements relatifs dont certains coïncident avec les endroits manifestant des amplitudes à  $2 \times f$  importantes.

Les zones de localisation apparaissant sur les cartographies d'amplitudes à  $2 \times f$  ont, par ailleurs, été étudiées par des observations mésoscopiques. Ces dernières ont apporté plusieurs éléments de validation confirmant que les cartographies à  $2 \times f$  peuvent mettre en évidence les zones de frottements. Les observations microstructurales ont confirmé la présence d'une fissure millimétrique qui pourrait éventuellement provoquer des frottements. Les observations mésoscopiques ont permis d'observer des mouvements relatifs indispensables pour l'apparition de ce phénomène, confirmant ainsi les observations surfaciques précédentes. Enfin, la température augmente et diminue deux fois au cours d'un seul cycle mécanique. Cette observation constitue un élément de validation car elle peut être expliquée par des frottements qui s'expriment durant la charge et la décharge. Ces frottements entraînent une dissipation d'énergie. Cette dernière se traduit par des élévations de température qui sont rapidement diffusées expliquant ainsi l'importance de la composante évaluée à  $2 \times f$ . Bien que cette description ne constitue pas une validation directe, les observations effectuées rendent l'explication reliant les amplitudes à  $2 \times f$  aux frottements probable.

#### 3.4.5.3 Essai d'auto-échauffement progressif

Les analyses à l'échelle mésoscopique confirment que la première séquence de paliers appliquée n'induit pas d'endommagement significatif. Les premiers endommagements importants sont détectés durant la deuxième séquence. L'effet d'hystérésis constaté dans la section 3.3.3.4, est visible aussi sur les cartographies d'énergie dissipée obtenues pour une amplitude de contrainte de 3.4 MPa/MPa. Comme la séquence des paliers d'amplitudes décroissantes n'induit pas de nouveaux endommagements, il est raisonnable d'expliquer l'augmentation de l'énergie dissipée par les effets secondaires des endommagements introduits précédemment (p. ex. des concentrations de contrainte dans le voisinage des fissures). Ce constat expliquerait aussi pourquoi les zones de dissipation élevée coïncident avec les zones présentant des événements thermiques. Par ailleurs,

les effets secondaires n'intègrent pas les frottements pour ces niveaux de contrainte car ceux-ci seraient visibles sur les cartographies d'amplitudes à  $2 \times f$ . La dernière séquence illustre la contribution croissante des frottements à l'énergie dissipée totale. Il est évident que l'augmentation la plus importante de l'énergie dissipée correspond à la zone de forte localisation mise en évidence sur la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$ . Ces résultats confirment que les frottements deviennent la source de dissipation prédominante pour les amplitudes de contrainte élevées.

## 3.5 Scénario d'endommagement et de dissipation des essais d'auto-échauffement

La dernière section de ce chapitre propose une description détaillée de l'évolution de l'endommagement ainsi que des différents mécanismes dissipatifs qui peuvent s'exprimer lors d'un essai d'auto-échauffement classique [107]. Par souci de clarté, le concept de régimes mentionné dans la section 3.3.5.1 sera adopté. Ce concept, souvent utilisé dans les études visant une description rapide des propriétés de fatigue à partir des mesures thermiques [32, 75, 91], postule l'existence de plusieurs régimes dont chacun est caractérisé par un mécanisme dissipatif prédominant. Comme il a été illustré précédemment, au cours d'un essai d'auto-échauffement, l'énergie dissipée augmente régulièrement, puis de manière plus importante lorsque l'amplitude de contrainte dépasse la valeur de 4 MPa/MPa, autrement dit, le seuil qui marque la transition entre le régime I et le régime II (cf. figure 3.57).

*Régime I.* Ce premier régime ne s'accompagne d'aucun endommagement significatif. La dissipation mesurée expérimentalement est supposée provenir principalement du comportement viscoélastique (éventuellement viscoplastique) de la résine (y compris la résine confinée au sein des torons) puisque le comportement des fibres de carbone est élastique et de ce fait non dissipatif pour les niveaux de contrainte subis dans cet intervalle. En absence d'endommagements notables, l'énergie dissipée est indépendante de l'histoire de chargement. Quant aux premiers événements, détectés entre 2.6 MPa/MPa et 3.5 MPa/MPa, ceux-ci sont peu nombreux et assimilés majoritairement à des microfissures d'après les observations de la microstructure et selon les résultats issus de l'émission acoustique. Néanmoins, le développement de ces endommagements peut entraîner une hausse de l'énergie dissipée et cette progression de l'état d'endommagement peut être considérée comme la cause de la rupture de pente graphiquement perceptible à partir du deuxième régime.

*Régime II.* Le deuxième régime est caractérisé par un développement rapide des endommagements qui culmine autour des amplitudes de 5 jusqu'à 6 MPa/MPa et ensuite diminue même si la contrainte appliquée continue d'augmenter. L'augmentation de l'énergie dissipée, qui est accélérée par rapport au régime I, est majoritairement causée par des effets secondaires des endommagements induits précédemment comme en témoignent par exemple la deuxième séquence de l'essai progressif. Les résultats des analyses effectuées n'indiquent pas la présence de frottements au début du régime II. Cette absence de frottement a été confirmée avec des observations mésoscopiques.

Ces dernières ont montré que la présence d'une fissure induit une augmentation de l'énergie dissipée sans que la cartographie mésoscopique des amplitudes à  $2 \times f$  n'affiche une zone de localisation. De ce fait, les effets secondaires peuvent être expliqués par des concentrations de contrainte apparaissant autour d'une fissure mais n'induisant pas de micro-frottements puisque ces derniers seraient reflétés par la cartographie des amplitudes à  $2 \times f$ .

La croissance continue des frottements en tant que source de la dissipation peut être constatée à la fin du régime II comme cela a été mis en relief par les essais d'auto-échauffement inversés. Ce phénomène a été mis en évidence, également, par la troisième séquence de l'essai progressif. Cette contribution croissante des frottements explique pourquoi l'énergie dissipée continue d'augmenter quand l'amplitude de contrainte dépasse la valeur de 7 MPa/MPa, même si l'état d'endommagement progresse plus lentement.

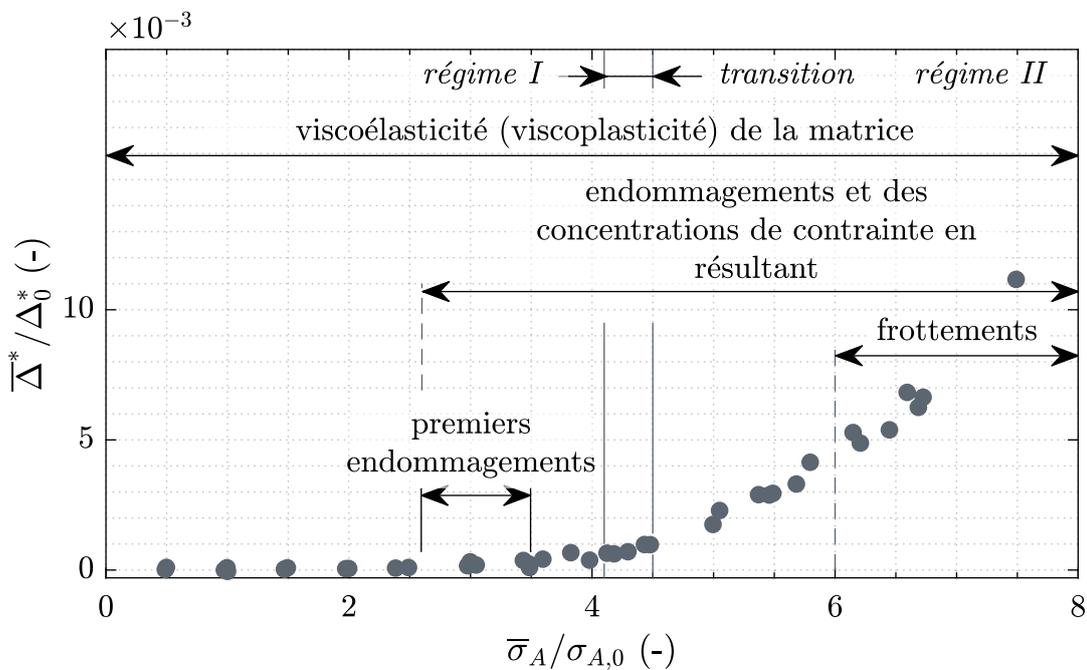


FIGURE 3.57 – Schématisation du scénario de dissipation des essais d'auto-échauffement.

### 3.6 Bilan

En s'appuyant sur le protocole d'auto-échauffement, des bases de données expérimentales ont été générées afin de pouvoir décrire le comportement thermomécanique du matériau étudié. Différentes techniques d'analyse des champs de température ont été proposées avec l'objectif d'extraire le maximum d'informations pertinentes pour faciliter l'interprétation des résultats expérimentaux.

Les analyses des courbes d'auto-échauffement ont permis de mettre en lumière l'évolution de la signature thermomécanique à l'échelle de l'éprouvette. Ensuite, les analyses des cartographies ont permis d'étudier la relation entre cette signature à l'échelle du motif de tissage et la microstructure. Enfin, les résultats de ces analyses alimentés par des mesures par émission acoustique ont permis d'établir les scénarios d'endommagement et de dissipation associés aux essais d'auto-échauffement. Il convient de préciser que ces scénarios seront davantage étudiés dans le chapitre suivant au travers d'un dialogue essai/calculs et une description complexe intégrant l'ensemble des résultats sera ensuite proposée dans le chapitre 6.



# Compréhension des phénomènes dissipatifs via dialogue essais/calculs

## Sommaire

---

4.1	Introduction . . . . .	114
4.1.1	Objectif des simulations numériques . . . . .	114
4.1.2	Génération du modèle numérique . . . . .	115
4.2	Loi de comportement des phases . . . . .	117
4.2.1	Résine . . . . .	118
4.2.2	Torons . . . . .	127
4.3	Simulations numériques . . . . .	129
4.3.1	Modèle numérique . . . . .	129
4.3.2	Obtention des champs et des valeurs moyennes de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée . . . . .	130
4.3.3	Vérification des hypothèses du calcul . . . . .	134
4.4	Corrélations essai/calculs . . . . .	137
4.4.1	Présentation de l'essai . . . . .	137
4.4.2	Raideur globale . . . . .	138
4.4.3	Comparaisons moyennes à l'échelle de l'éprouvette . . . . .	139
4.4.4	Comparaison des champs . . . . .	140
4.4.5	Bilan . . . . .	144
4.5	Bilan . . . . .	146
4.6	Perspectives . . . . .	147

---

*Ce chapitre cherche à améliorer la compréhension des mécanismes dissipatifs activés sous chargements cycliques via un dialogue essais/calculs afin de compléter la description de la courbe d'auto-échauffement, élaborée à partir des résultats expérimentaux et présentée dans le chapitre 3.*

*La première section détaille l'objectif des simulations numériques, présente les mécanismes dissipatifs visés par cette démarche de caractérisation et se termine avec la stratégie de génération du modèle numérique choisi.*

*La deuxième section est axée sur la caractérisation du comportement de la résine et des torons. Les analyses de la réponse mécanique de la résine s'appuient sur les résultats des essais de caractérisation classiques, qui cherchent notamment à mettre en évidence les aspects visqueux / plastiques. Le comportement homogénéisé des torons est, quant-à-lui, obtenu par une méthode d'homogénéisation qui se base sur les propriétés élastiques de la fibre et les propriétés viscoélastiques de la résine.*

*La troisième section est consacrée à la présentation du modèle numérique utilisé pour les simulations. Les hypothèses des calculs mis en place sont vérifiées vis-à-vis des limites des modèles de comportement identifiées dans la section précédente. Ensuite, les post-traitements adoptés pour l'évaluation du couplage thermoélastique et de l'énergie dissipée sont détaillés.*

*La quatrième section présente les corrélations essais / calculs. Celles-ci se font à plusieurs échelles. Les comparaisons de la raideur globale servent d'élément de validation des propriétés élastiques des constituants, en particulier de la fibre. Les comparaisons moyennes à l'échelle de l'éprouvette permettent de valider la présence des mécanismes dissipatifs modélisés avec les lois de comportement identifiées précédemment. Enfin, les comparaisons des champs d'énergie dissipée et de couplage thermoélastique permettent de confronter les prédictions des simulations numériques à l'échelle locale et éventuellement de mettre en évidence l'influence de la microstructure sur les grandeurs d'intérêt.*

## **4.1 Introduction**

### **4.1.1 Objectif des simulations numériques**

Les simulations numériques présentées dans ce chapitre cherchent à calculer l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique pour le composite étudié. Comme décrit dans le chapitre 3, ces deux grandeurs sont classiquement évaluées à partir des données expérimentales obtenues avec les approches par auto-échauffement. Les comparaisons des résultats expérimentaux avec les résultats numériques sont effectuées avec l'objectif d'améliorer la compréhension des mécanismes dissipatifs activés sous chargements cycliques.

Le scénario de dissipation, élaboré dans la section 3.5, a mis en évidence la présence de plusieurs mécanismes dissipatifs, qui peuvent être regroupés en plusieurs catégories :

- mécanismes dissipatifs provenant du comportement des constituants ;
- création des endommagements ;
- effets secondaires induits par les endommagements créés.

Les simulations numériques se concentreront sur l'identification/quantification des mécanismes provenant du comportement de la résine. En effet, la mise en place de simulations intégrant les fissures et/ou le processus de fissuration, serait plus complexe et n'a pas été réalisée dans le cadre de cette thèse mais représente une perspective de ces travaux. En outre, il a été montré que la création des endommagements ainsi

que les effets secondaires en résultant, peuvent être relativement bien identifiés par des techniques expérimentales (thermographie infrarouge, émission acoustique). De ce fait, il a été décidé d'améliorer la description de la dissipation sous chargements cycliques relativement faibles en se concentrant sur les mécanismes dissipatifs associés au comportement des composants, et plus particulièrement au comportement de la résine puisque le comportement des fibres est, pour cette gamme d'amplitudes de contrainte, considéré comme élastique et de ce fait non-dissipatif.

Afin de pouvoir choisir la stratégie de modélisation, il convient de définir l'échelle d'analyse. Si l'on souhaite effectuer des comparaisons des valeurs moyennes à l'échelle de l'éprouvette, les modèles de type ODM [108] (*Onera Damage Model*) représentent un choix pertinent et naturel. Ces modèles prennent en compte les mécanismes d'endommagement qui apparaissent dans les composites tissés et ils ont été développés pour simuler le comportement sous sollicitations quasi-statiques [4, 18] ainsi que le comportement en fatigue [109]. Ce type de modèle a été pensé pour prédire la réponse macroscopique du composite afin d'être facilement appliqué à des structures. Cependant, ce dernier aspect se montre désavantageux pour l'application visée, car l'adoption de ce type de modélisation ne permettrait pas de réaliser des comparaisons des champs obtenus à partir des mesures infrarouges, à l'échelle du motif de tissage. Étant donné que ces champs constituent des bases de données expérimentales riches, il a été décidé d'opter pour des stratégies qui se basent sur la modélisation géométrique du motif de tissage. Enfin, il convient de souligner que la transition vers l'échelle macroscopique peut toujours être effectuée en considérant les valeurs moyennes obtenues sur la région d'intérêt. L'ensemble de la démarche adoptée est schématisée sur la figure 4.1.

### 4.1.2 Génération du modèle numérique

#### 4.1.2.1 Approches possibles

Comme mentionné précédemment, l'échelle du motif de tissage représente une échelle intermédiaire entre l'échelle de la structure et l'échelle des constituants. De ce fait, les torons représentant le renfort, qui sont en général constitués de plusieurs milliers de fibres, sont modélisés comme un matériau homogène [110, 111]. Différentes stratégies permettant la réalisation des simulations numériques à cette échelle peuvent être rencontrées dans la littérature [112-115]. Les calculs par éléments finis en sont une, qui se montre relativement flexible en termes d'utilisation de différents types de loi de comportement [116-118] et qui ne limite pas la géométrie tant qu'un maillage éléments finis peut être créé [111]. Toutefois, la forme complexe des torons et la présence de zones de contact entre différents torons rendent la génération d'un maillage adapté difficile. Pour pallier les problèmes d'inter-pénétration, une fine couche de matrice est souvent insérée entre les torons, ce qui permet de créer le maillage avec des outils de génération de maillage automatiques [111, 119]. Cependant, l'introduction de ces couches de résine influence la valeur de la fraction volumique des fibres. En outre, cette démarche est souvent associée à une réduction importante de la taille des éléments concernés afin d'éviter une dégradation de la qualité du maillage. À cet égard, Grail *et al.* [120] ont proposé une procédure de maillage automatique qui ne nécessite pas d'insertion

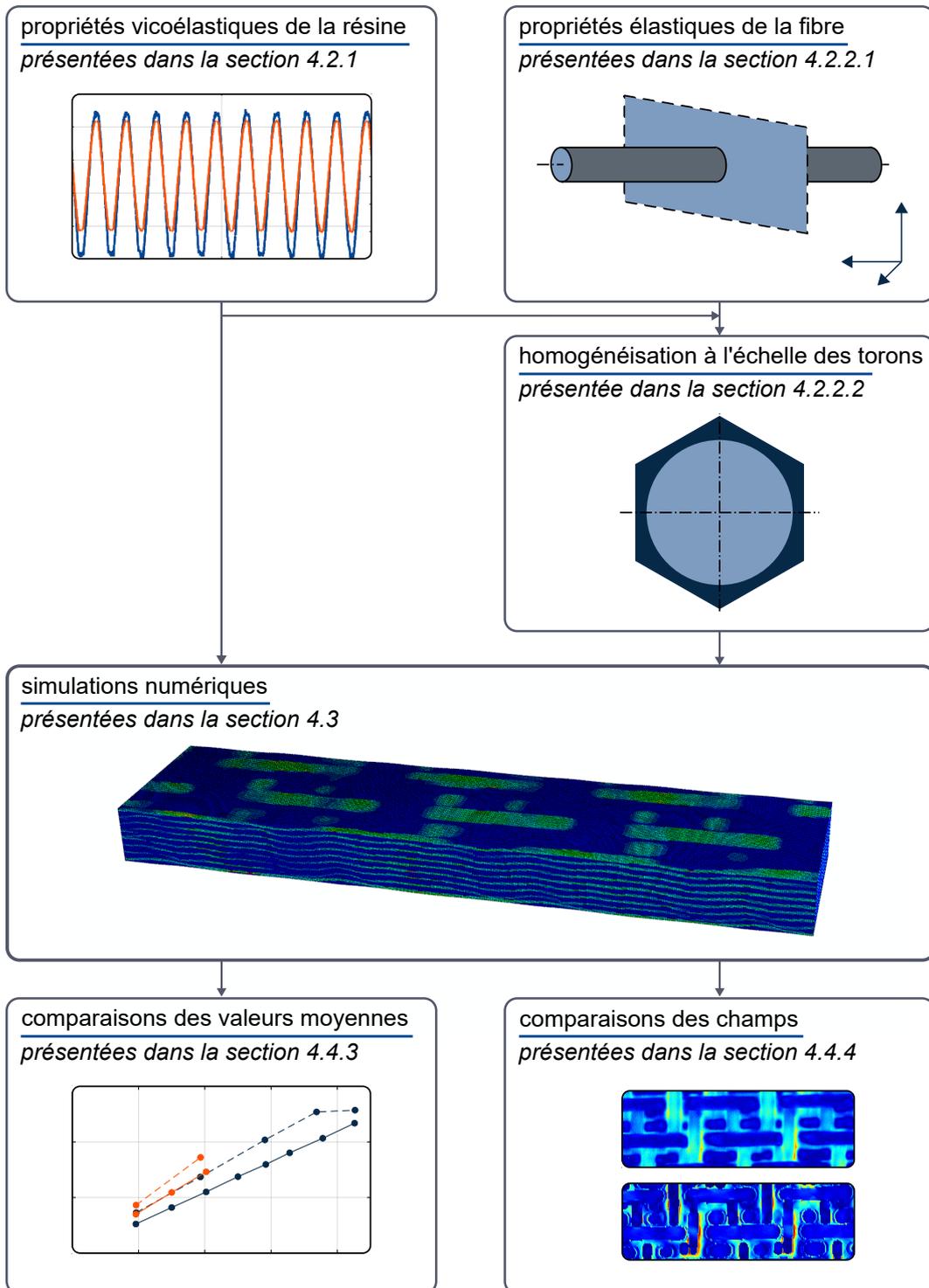


FIGURE 4.1 – Schématisation de la démarche adoptée pour la mise en place des simulations numériques.

de couches de résine supplémentaires. Cependant, cette méthode ne s'avère pas assez robuste pour assurer le maillage automatique d'architectures complexes. Une autre stratégie adaptée à ces géométries complexes consiste en la génération de maillages voxelisés [113, 121]. Ceux-ci sont largement utilisés dans les applications industrielles car ils peuvent être générés pour tous les types d'architecture. Comme les propriétés macroscopiques du matériau dépendent, en grande partie, de son architecture [122], la discrétisation associée à cette stratégie de modélisation doit être assez fine pour bien approximer la section des torons [123]. Ces approches ne permettent pas l'obtention des interfaces torons/matrice continues ou uniformes, ce qui provoque l'apparition de concentrations de contrainte [124]. En outre, Doitrand *et al.* [125] ont constaté la présence d'oscillations dans les champs de contrainte calculés en utilisant ce type de maillage. De ce fait, les champs de contrainte obtenus par cette approche doivent être interprétés avec prudence. Il en ressort que l'utilisation de ce type de maillage n'est pas adaptée à la modélisation des phénomènes dépendant de l'état de contrainte local tel que l'initiation et progression de l'endommagement. Néanmoins, il a été montré que les maillages voxelisés peuvent être utilisés pour calculer les propriétés élastiques homogénéisées [125, 126] puisque les effets de concentrations de contrainte sont atténués en calculant des valeurs moyennes sur le volume considéré.

### 4.1.2.2 Approche retenue

Les simulations numériques, présentées dans la suite, ont été réalisées au moyen de calculs par éléments finis. Cette stratégie a été retenue notamment pour sa flexibilité et sa facilité relative de mise en œuvre. Étant donnée que la largeur du motif de tissage est supérieure à celle de la zone utile de l'éprouvette (cf. section 2.3.1), il a été décidé de ne pas se baser sur la définition du volume élémentaire représentatif mais plutôt de générer un maillage voxelisé spécifique, à partir de la micro-tomographie réalisée sur une éprouvette existante [127, 128]. Cette approche permet d'effectuer des comparaisons directes entre les résultats expérimentaux et numériques. Cependant, il convient de rappeler que les comparaisons des champs doivent être effectuées avec prudence vis-à-vis des concentrations de contrainte provenant de la voxelisation. La reconstruction d'une géométrie réelle permet également de contourner les éventuelles difficultés liées à la variabilité de la réponse mécanique en fonction de la position de prélèvement de l'éprouvette. En outre, la modélisation de la zone utile évite les problèmes liés à l'utilisation de conditions aux limites périodiques [111, 129-132]. En effet, les maillages obtenus à l'aide de micro-tomographies ne sont généralement pas périodiques et, de ce fait, ne sont pas adaptés à l'application de ce type de conditions aux limites, utilisées notamment pour les approches d'homogénéisation.

## 4.2 Loi de comportement des phases

Cette section décrit la démarche d'identification des lois de comportement de la résine et des torons. L'identification de la loi de comportement de la résine est effectuée d'une manière classique, à partir d'essais réalisés sur des éprouvettes de résine pure. Ensuite, le comportement des torons est décrit par une méthode d'homogénéisation qui prend

en compte le comportement de la fibre ainsi que le comportement de la résine, identifié auparavant.

## 4.2.1 Résine

La littérature définit le comportement mécanique des résines époxy comme visco-élastique [133, 134], plastique [135, 136] et endommageable [137-139]. Comme précisé précédemment, la modélisation de l'endommagement est hors du cadre de cette étude. À cet égard, les essais de caractérisation visent à mettre en évidence uniquement les aspects visqueux et plastiques.

Le deuxième objectif des essais effectués consiste à identifier/valider les propriétés physiques, spécifiquement la densité  $\rho$ , la chaleur spécifique  $c_p$  et le coefficient de dilatation  $\alpha_t$ . Ces trois paramètres sont analysés via des comparaisons reliant l'amplitude de contrainte avec l'amplitude de couplage thermoélastique mesurée lors d'essais d'auto-échauffement.

### 4.2.1.1 Caractérisation par nanoindentation

Comme mentionné précédemment, la caractérisation mécanique de la résine est effectuée en utilisant des éprouvettes de résine pure. Bien que la résine utilisée pour cette caractérisation soit la même que celle constituant le composite d'étude, il convient cependant de vérifier que leurs réponses mécaniques respectives sont comparables. En effet, plusieurs études ont montré que les propriétés mécaniques, et particulièrement les propriétés viscoélastiques, des résines époxy peuvent varier en fonction du degré de cuisson [140-142]. Afin d'examiner un éventuel effet du procédé d'obtention sur le comportement mécanique, des essais de nanoindentation ont été réalisés. Ces derniers peuvent être facilement réalisés sur les éprouvettes de résine pure, utilisées pour la caractérisation mécanique, ainsi que sur des poches de résine présentes dans le matériau d'étude.

La section 2.2.6 a présenté une courbe d'indentation classique. Cette dernière permet facilement de mettre en relief un comportement élasto-plastique, toutefois, sa sensibilité aux aspects visqueux n'est pas suffisante. Afin de pallier cet inconvénient, des paliers de fluage ont été ajoutés à certains essais de nanoindentation<sup>1</sup>. La figure 4.2 présente quelques comparaisons des courbes d'indentation obtenues sur les éprouvettes de résine pure avec des courbes obtenues sur la résine présente dans le composite. Les suivis de déplacements obtenus durant ces essais permettent de mettre en évidence des réponses comparables. La différence observée durant le palier de fluage du deuxième essai reste au niveau de la précision de mesure ou une conséquence de drifts thermiques différents.

Les résultats de la caractérisation par nanoindentation sont discutés en détail dans la section 4.2.1.4 car les analyses des comparaisons présentées sur la figure 4.2 doivent prendre en compte les objectifs de la caractérisation mécanique. Cette dernière est présentée dans la section suivante.

---

1. Les drifts thermiques ont été mesurés pendant une durée de 45 s avant chaque essai présenté dans cette section. On précise qu'ils se montraient stables et que la valeur mesurée normalisée était systématiquement inférieure à  $0.5 \text{ s}^{-1}$

## 4.2. Loi de comportement des phases

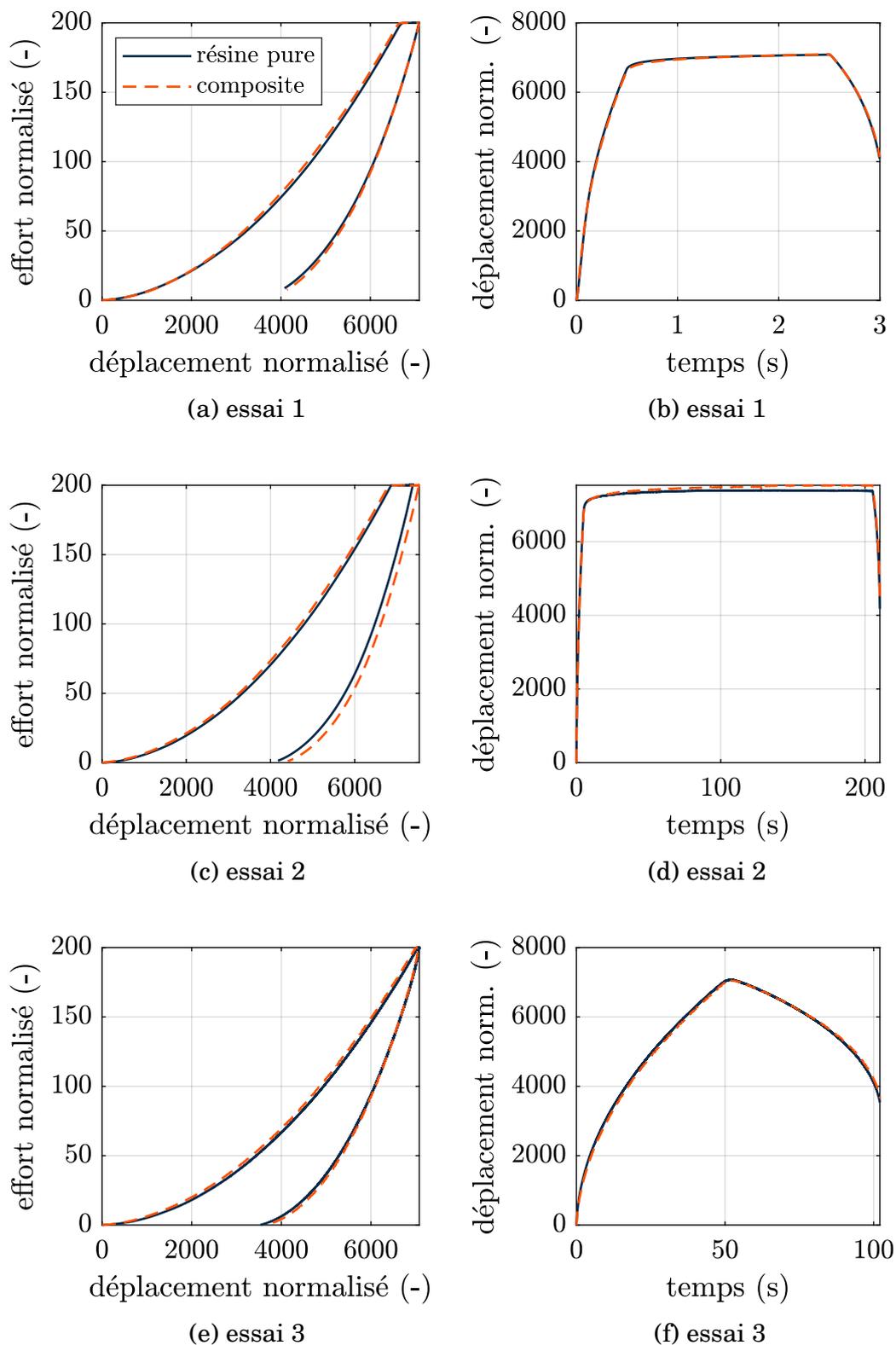


FIGURE 4.2 – Comparaison des résultats de nanoindentation obtenus sur des éprouvettes de résine pure et la résine du composite.

#### 4.2.1.2 Caractérisation mécanique

On rappelle que, vis-à-vis des objectifs définis dans l'introduction 4.1.1, la modélisation du comportement de la résine doit décrire la réponse élastique et les effets visqueux (et/ou plastiques). Les propriétés élastiques constituent naturellement le premier aspect indispensable à la caractérisation mécanique. Les aspects visqueux et plastiques ont, quant-à-eux, été identifiés comme nécessaires pour pouvoir améliorer la compréhension de l'énergie dissipée sous chargements cycliques. Dans la suite du chapitre, l'accent sera mis sur la modélisation des effets visqueux. En effet, la viscoélasticité ne comporte généralement pas de seuil d'activation et elle contribue, de ce fait, à la dissipation même pour des contraintes très faibles (contrairement à la plasticité). En outre, l'implémentation d'un comportement viscoélastique linéaire à l'échelle des torons, et par conséquent à l'échelle de l'éprouvette, s'avère plus simple puisqu'il est possible de se baser sur des stratégies d'homogénéisation existantes, déjà utilisées pour des matériaux composites tissés (cf. section 4.2.2.2). Quant à l'implémentation d'une loi de comportement, qui prend en compte également de la plasticité, celle-ci se montre plus complexe et demanderait la mise en place d'une stratégie d'homogénéisation spécifique.

Avant de présenter les bases de donnée, qui ont servi pour la caractérisation mécanique, il convient de préciser que les machines utilisées pour la réalisation des essais sur la résine sont les machines électrodynamiques (cf. section 2.2.1.1). En ce qui concerne les mesures de la déformation, uniquement des évolutions de la déformation longitudinale moyenne ont été analysées. Ces dernières correspondent à la moyenne effectuée sur les champs de déformation obtenus au moyen de la corrélation d'images.

#### Présentation des essais utilisés pour la caractérisation mécanique

Afin de mettre en évidence tous les aspects d'intérêt du comportement mécanique, il a été décidé de s'appuyer sur des essais anhystériques (ANH) et des analyses mécaniques dynamiques (*dynamic mechanical analysis, DMA*). L'essai anhystérique a été proposé par exemple par Launay [143] pour mettre en évidence les propriétés viscoélastiques et plastiques d'un thermoplastique renforcé en fibres de verre. La figure 4.3 présente une illustration des résultats obtenus avec ce type de protocole pour une éprouvette de résine pure.

La courbe contrainte/déformation montre que la réponse mécanique est initialement linéaire. En augmentant la contrainte appliquée, les déformations obtenues durant les paliers de fluage deviennent de plus en plus importantes. Ce comportement visqueux est également constaté durant le trajet de décharge. En outre, on remarque une déformation résiduelle, présente à la fin de l'essai. Celle-ci peut être attribuée à un comportement plastique ou éventuellement aux effets visqueux à longs temps caractéristiques.

En ce qui concerne l'analyse mécanique dynamique, celle-ci est une méthode classiquement utilisée pour la caractérisation des propriétés viscoélastiques des polymères. Dans le cas présenté, les grandeurs étudiées avec cette méthode sont le module de conservation  $E'$  et le module de perte  $E''$ . Il convient de préciser qu'on ne s'intéresse pas aux effets de la température mais uniquement aux évolutions de ces modules en fonction de la fréquence de sollicitation  $f$ , obtenues à température ambiante.

## 4.2. Loi de comportement des phases

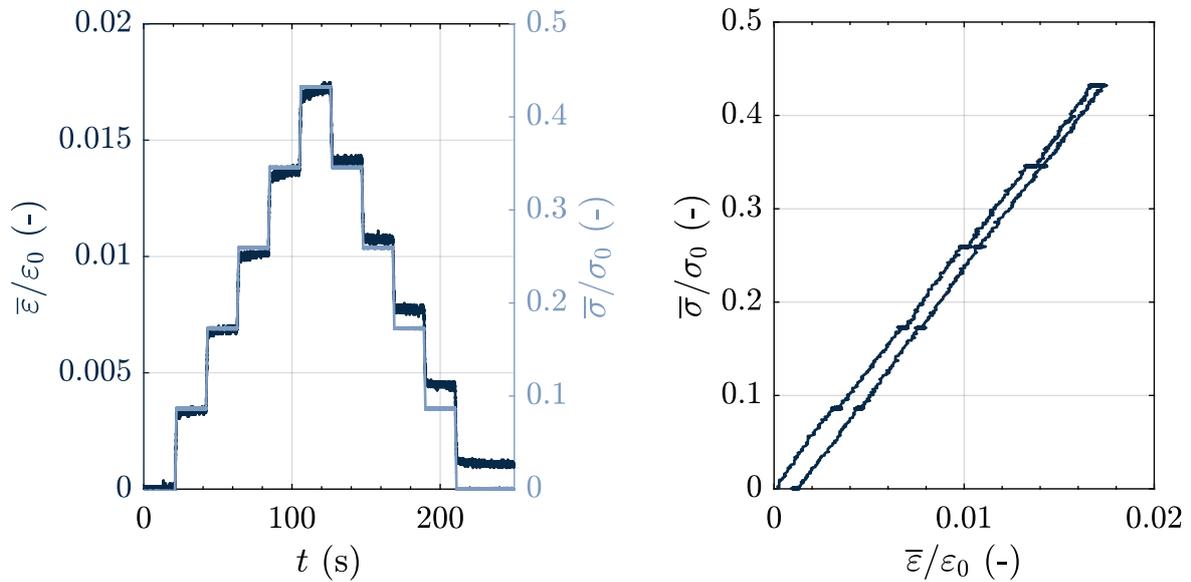


FIGURE 4.3 – Essai anhystérétique en fluage effectué sur une éprouvette de résine pure.

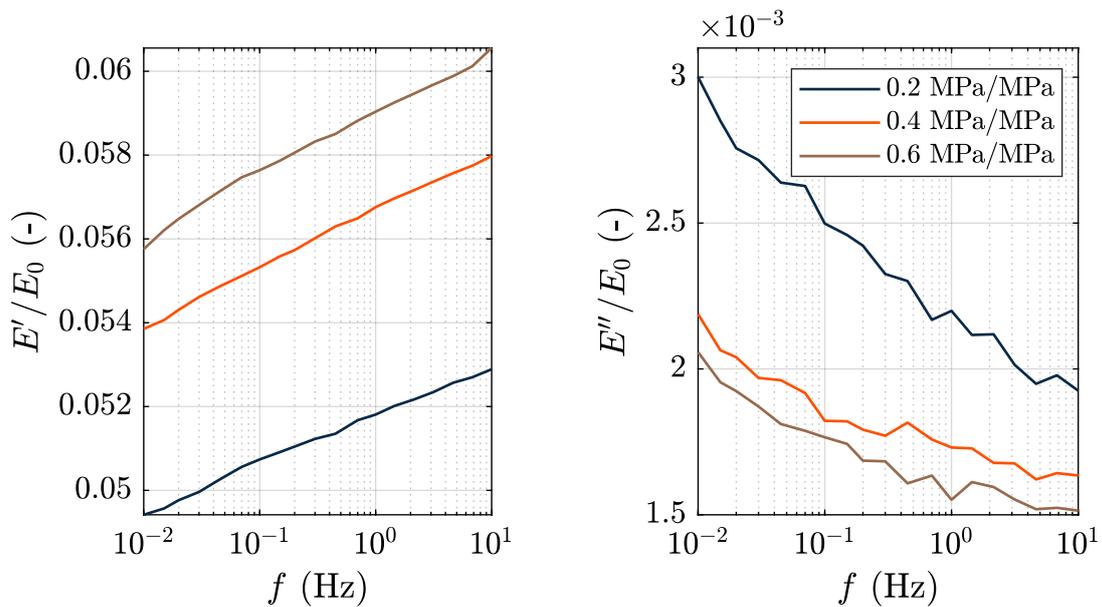


FIGURE 4.4 – Les évolutions des modules de conservation et de perte obtenues lors d'un essai DMA effectué sur une éprouvette de résine pure pour trois amplitudes de contraintes  $\sigma_A/\sigma_{A,0}$  : 0.2 MPa/MPa, 0.4 MPa/MPa, 0.6 MPa/MPa, appliquées avec un rapport de charge  $R = 0$ .

La figure 4.4 montre un exemple d'évolutions des modules de conservation et de perte en fonction de la fréquence de sollicitation, obtenues dans l'intervalle entre 0.01 et 10 Hz. Cet essai a été répété trois fois en augmentant l'amplitude de contrainte appliquée.

En ce qui concerne les résultats obtenus, il convient de préciser que le calcul de la déformation se base, uniquement durant ce type d'essai, sur le déplacement de la traverse. Il en ressort que les valeurs calculées ne sont pas suffisamment précises et de ce fait ces évolutions peuvent être utilisées uniquement d'une manière qualitative/relative. Enfin, les valeurs absolues des modules doivent être recalées en utilisant d'autres essais disposant d'une mesure de déformation fiable.

Le dernier type d'essai réalisé sur la résine est l'essai d'auto-échauffement classique. Étant donné que l'objectif des simulations numériques est de calculer la dissipation sous sollicitations cycliques, ce type d'essai permet de tester la capacité de la loi de comportement identifiée de prédire l'énergie dissipée et, de ce fait, constitue un essai de validation.

La figure 4.5a présente trois courbes d'auto-échauffement obtenues en régime transitoire (sur trois éprouvettes différentes) en superposition avec une courbe d'auto-échauffement obtenue en régime stabilisé (cf. sections 3.2.2.2 et 3.3.3). Malgré une certaine dispersion, les résultats expérimentaux dévoilent une tendance croissante nette. On constate également que les résultats obtenus en régime transitoire sont cohérents avec ceux obtenus en régime stabilisé.

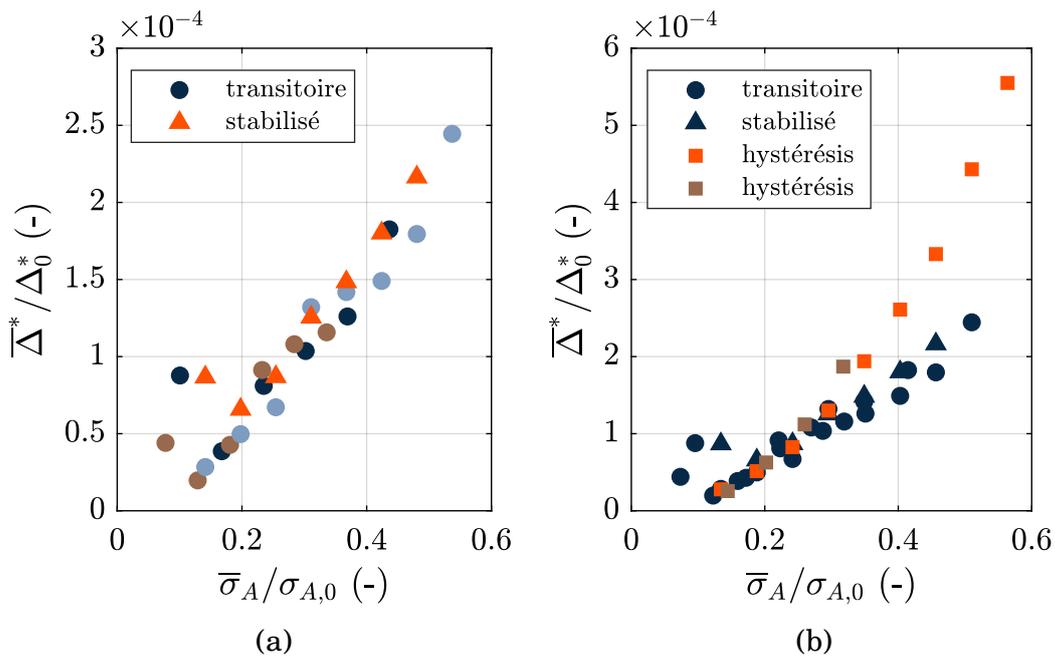


FIGURE 4.5 – (a) résultat des essais d'auto-échauffement effectués sur des éprouvette de résine pure avec une fréquence de sollicitation de 2 Hz et un rapport de chargement  $R = 0$ , (b) comparaison des énergies dissipées obtenues par auto-échauffement avec une fréquence de chargement de 2 Hz avec des aires d'hystérésis obtenues avec une fréquence de chargement de 1 Hz.

Afin d'enrichir la base expérimentale issue des essais d'auto-échauffement, les aires d'hystérésis ont été calculées pour deux essais réalisés avec une fréquence de chargement de 1 Hz. Ce calcul se base sur la courbe contrainte/déformation obtenue durant le deuxième cycle appliqué lors de chaque palier de chargement. On rappelle que la déformation moyenne est, dans ce cas, calculée à partir des champs de déformation, obtenus par corrélation d'images. Les résultats sont tracés sur la figure 4.5b en parallèle avec les énergies dissipées obtenues précédemment.

Les deux caractéristiques se montrent comparables jusqu'à l'amplitude de contrainte de 0.3 MPa/MPa. Au dessus de ce seuil, les deux grandeurs commencent à diverger et les valeurs des aires d'hystérésis sont systématiquement supérieures à celles de l'énergie dissipée.

### Identification de la loi de comportement

Maintenant que les aspects visqueux ont été mis en évidence, il est possible de choisir une loi de comportement et de définir la stratégie d'identification de ses paramètres. En supposant le caractère isotrope du comportement de la résine, les propriétés élastiques peuvent être entièrement décrites avec le module de Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$ . La modélisation du comportement visqueux sera, quant-à-elle, réalisée avec une loi de type Maxwell généralisée dont l'implémentation repose sur la formulation de séries de Prony. Celle-ci demande la définition des temps caractéristiques  $\tau_i$  et l'identification des poids associés à ces temps caractéristiques  $g_i$ . Le comportement visqueux est associé uniquement à la partie déviatorique du tenseur des contraintes et des déformations [144]. Cette hypothèse est classiquement effectuée pour cette famille de matériaux car les évolutions du coefficient de Poisson montrent que les valeurs de ces derniers approchent la valeur de 0.5 pour un état entièrement relaxé sous températures élevées [145, 146]. En ce qui concerne la plage des temps caractéristiques  $\tau_i$ , celle-ci a été choisie en fonction des échelles de temps associées aux essais de caractérisation (essais ANH et DMA). Un temps caractéristique par décade a été défini à priori pour pouvoir approximer le spectre du modèle de comportement retenu (6 temps caractéristiques au total).

La stratégie d'identification repose sur les essais présentés précédemment et est effectuée de manière suivante :

1. Le module de Young est identifié sur la première charge de l'essai ANH où il est possible de négliger les effets visqueux. En outre, la faible contrainte appliquée évite une éventuelle apparition de la plasticité ;
2. Les poids associés aux temps caractéristiques inférieurs à 10 s sont identifiés à partir des résultats de l'essai DMA.
3. Enfin, les poids associés aux temps caractéristiques supérieures à 10 s sont identifiés à partir de l'ensemble de l'essai ANH.

Il est nécessaire de préciser que l'identification a été effectuée sur une seule éprouvette. L'essai DMA a été réalisé en premier. La contrainte appliquée durant celui-ci était faible pour éviter une éventuelle activation de la plasticité, qui pourrait influencer les résultats de l'essai ANH, effectué par la suite. La figure 4.6 présente le résultat de cette identification. Il est possible de constater que les paramètres identifiés permettent de bien décrire la réponse de l'essai ANH.

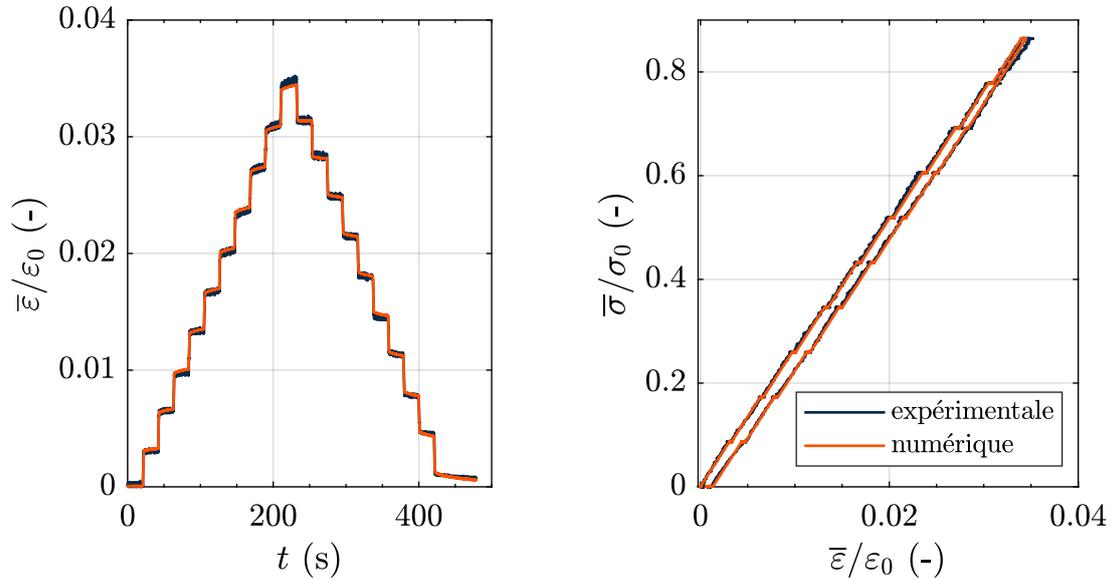


FIGURE 4.6 – Résultat de l'identification sur un essai ANH.

Le tableau 4.1 fait le bilan de tous les paramètres de la loi de comportement considérée. La valeur du coefficient de Poisson n'a pas été identifiée avec la stratégie présentée ci-dessus mais correspond à la valeur communiquée par Safran Composites. Par ailleurs, cette dernière se montre cohérente avec des valeurs trouvées dans la littérature pour ce type de matériau [147, 148].

paramètres élastiques						
$E/E_0$ (MPa/MPa)	0.0936		$\nu$ (-)	0.398		
paramètres viscoélastiques						
$\tau_i$ (s)	0.003	0.027	0.243	2.187	19.683	177.147
$g_i$ (-)	0.03042	0.03708	0.03778	0.0088	0.07747	0.03954

TABLE 4.1 – Bilan des paramètres utilisés pour la simulation du comportement de la résine.

#### 4.2.1.3 Validation

Comme mentionné précédemment, la validation s'appuie sur les résultats de l'essai d'auto-échauffement. La figure 4.7 montre la confrontation des résultats expérimentaux aux calculs numériques de l'énergie dissipée moyenne par cycle. Il est évident que les résultats numériques corrént bien avec les résultats expérimentaux jusqu'à la valeur de l'amplitude de contrainte de 0.3 MPa/MPa. Cette dernière correspond également au seuil à partir duquel les valeurs des aires d'hystérésis divergent des valeurs de l'énergie dissipée. On constate également que les valeurs de l'énergie dissipée obtenues

## 4.2. Loi de comportement des phases

numériquement approximativement mieux les valeurs des aires d'hystérésis et, de ce fait, surestime la dissipation évaluée expérimentalement pour les amplitudes de contrainte supérieures à 0.3 MPa/MPa.

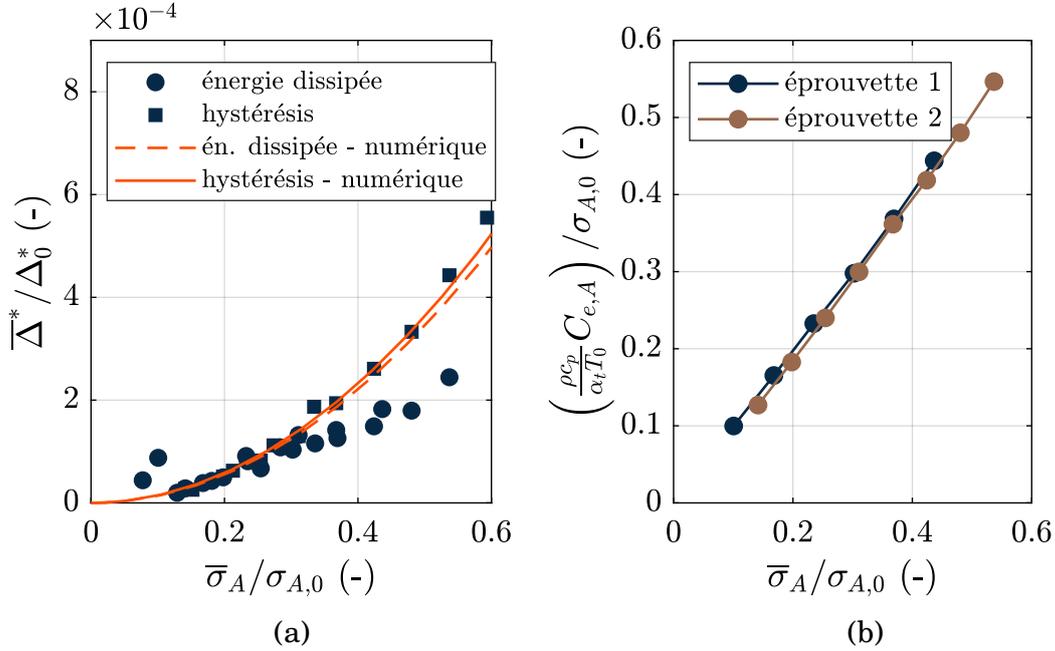


FIGURE 4.7 – Validation des paramètres identifiés : (a) confrontation de l'énergie dissipée calculée numériquement avec les résultats expérimentaux, (b) expression reliant l'amplitude du couplage à l'amplitude de contrainte tracée en fonction de cette dernière.

La contribution du couplage thermoélastique, évaluée expérimentalement durant les essais d'auto-échauffement, peut constituer un autre élément de validation. En effet, il peut être démontré que, pour les matériaux isotropes, sollicités avec un chargement uniaxial, l'amplitude du couplage thermoélastique peut être, sous certaines hypothèses, reliée à l'amplitude de la contrainte appliquée avec l'expression suivante [92] :

$$\sigma_A = \frac{\rho c_p}{\alpha_t T_0} \cdot C_{e,A} \quad (4.1)$$

où  $\sigma_A$  représente l'amplitude de contrainte appliquée,  $\rho$  et  $c_p$  sont respectivement la densité et la chaleur spécifique du matériau,  $\alpha_t$  est le coefficient de dilatation et  $T_0$  correspond à la température initiale du matériau testé. Comme la densité, la chaleur spécifique et la température initiale sont des paramètres connus, il est possible d'identifier le coefficient de dilatation en se basant sur les valeurs de l'amplitude de contrainte appliquée et de l'amplitude du couplage identifiée à partir des mesures infrarouges.

La valeur du coefficient de dilatation ainsi identifiée est égale à  $5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . La figure 4.7b met en évidence les résultats de cette identification en traçant l'expression  $\frac{\rho c_p}{\alpha_t T_0} C_{e,A}$  en fonction de l'amplitude de la contrainte appliquée. Les courbes obtenues indiquent une

très bonne corrélation puisqu'elles sont proches de la bissectrice du premier quadrant, qui représenterait une corrélation parfaite.

#### 4.2.1.4 Bilan et discussions

La comparaison des courbes de nanoindentation obtenues sur des éprouvettes de résine pure et des poches de résine présentes dans le composite a montré des réponses équivalentes. Par ailleurs, ce constat est valable pour les débuts des courbes effort/déplacement, qui dépendent majoritairement des propriétés élastiques, ainsi que pour les paliers de fluage dont l'évolution provient majoritairement du comportement visqueux. Les déplacements résiduels, résultant des propriétés plastiques ou, éventuellement, des effets visqueux longs, se montrent aussi, quant-à-eux, cohérents. À cet égard, il est raisonnable de supposer que la réponse mécanique des éprouvettes de résine pure est bien représentative de la résine présente dans le matériau final.

Les essais anhystrétique et DMA ont mis en évidence les aspects visqueux. Bien que ces derniers représentent une base de données adaptée pour l'identification d'une loi viscoélastique, les effets visqueux longs ne semblent pas être bien dissociés des déformations plastiques. Néanmoins, les résultats des essais d'auto-échauffement apportent un élément de réponse. Les analyses des évolutions de l'aire d'hystérésis et de l'énergie dissipée ont montré que ces deux grandeurs commencent à diverger à partir de l'amplitude de contrainte de 0.3 MPa/MPa. Ici, il est nécessaire de constater que l'hystérésis provient de plusieurs origines dont l'une correspond à l'énergie dissipée. Dans cette logique, la valeur de l'aire d'hystérésis doit être toujours égale ou supérieure à la valeur de l'énergie dissipée. L'apparition d'une divergence nette entre les deux évolutions témoigne de la présence d'une autre quantité, par exemple de l'énergie stockée, qui pourrait témoigner de l'activation de la plasticité.

La stratégie de modélisation adoptée repose sur une loi de type Maxwell généralisée pour traduire le comportement viscoélastique. La simulation du comportement plastique a été mise à part, notamment pour faciliter la mise en œuvre du comportement homogénéisé à l'échelle des torons. Quant aux paramètres viscoélastiques identifiés, ceux-ci permettent de bien simuler la réponse de l'essai anhystrétique. La validation, qui s'est appuyée sur les résultats des essais d'auto-échauffement, a confirmé que la loi de comportement arrive à bien simuler l'énergie dissipée sous sollicitations cycliques pour les amplitudes de contraintes inférieures à 0.3 MPa/MPa. Au dessus de ce seuil, les valeurs de l'énergie dissipée sont systématiquement surestimées bien que les aires d'hystérésis soient prédites correctement. En considérant que cette amplitude de contrainte correspond également au moment de divergence entre les valeurs des aires d'hystérésis et les énergies dissipées, il est probable qu'au dessus de cette valeur de contrainte la modélisation de la plasticité devienne indispensable pour pouvoir obtenir la bonne réponse mécanique. Bien que celle-ci n'ait pas été introduite dans la loi de comportement, les analyses des résultats expérimentaux ont permis de bien identifier le domaine de validité pour les simulations numériques mises en place dans les sections suivantes.

Le dernier élément de validation concerne l'identification de certaines propriétés physiques de la résine : densité  $\rho$ , chaleur spécifique  $c_p$  et le coefficient de dilatation  $\alpha_t$ . Celui-ci a été effectué via l'expression 4.1, qui relie l'amplitude de contrainte à

l'amplitude de couplage thermoélastique. Il convient de rappeler que les valeurs de la densité et de la chaleur spécifique ont été identifiées auparavant (cf. section 2.3.3). Étant donnée que la valeur du coefficient de dilatation trouvée par l'analyse inverse correspond aux valeurs trouvées dans la littérature pour ce type de matériau [149-151], les valeurs identifiées peuvent être jugées comme pertinentes.

## 4.2.2 Torons

Les sections 2.3.1 et 2.3.2 montrent que les torons sont constitués de plusieurs milliers de fibres (48k) et donnent les valeurs des taux volumiques intra-toron qui permettent de quantifier la quantité de la résine confinée au sein des torons en sens chaîne et trame. Cependant, comme précisé dans la section 4.1.2, le comportement de ces torons est modélisé comme homogène. Cela nécessite l'adoption d'une méthode d'homogénéisation prenant en compte le comportement des constituants, c-à-d. de la fibre et de la résine.

### 4.2.2.1 Propriétés élastiques de la fibre

Comme évoqué précédemment, le comportement de la fibre est considéré élastique vis-à-vis de la gamme de contraintes investiguée durant les simulations numériques. Il est nécessaire de préciser que la caractérisation mécanique de la fibre n'a pas été effectuée dans le cadre de cette thèse puisque les essais sur la fibre seule seraient difficiles à mettre en place. Afin de pouvoir établir un comportement homogène équivalent des torons, les propriétés élastiques fournies par Safran Composites ont été adoptées. Le tenseur de rigidité est considéré comme isotrope transverse, le tableau 4.2 fait le bilan des paramètres associés.

paramètres élastiques				
$E_l/E_0$ (MPa/MPa)	$E_t/E_0$ (MPa/MPa)	$G_{lt}/E_0$ (MPa/MPa)	$\nu_{lt}$ (-)	$\nu_{tt}$ (-)
6.9	0.258	0.698	0.26	0.3

TABLE 4.2 – Bilan des paramètres élastiques de la fibre.

### 4.2.2.2 Homogénéisation à l'échelle du toron

La méthode d'homogénéisation, adoptée à l'échelle des torons, s'inspire de la méthode proposée par Hirsekorn *et al.* [152]. Celle-ci applique la transformée de Laplace-Carson, définie par l'équation suivante :

$$\hat{f}(p) = p \int_0^{\infty} f(t) e^{-pt} dt \quad (4.2)$$

au modèle viscoélastique proposé par Schapery [153] pour obtenir une relation linéaire entre le tenseur des contraintes et déformations :

$$\underline{\hat{\sigma}}(p) = \underline{\hat{E}}(p) : \underline{\hat{\varepsilon}}(p) \quad (4.3)$$

La transformée est calculée pour différents paramètres  $p$ . Une homogénéisation élastique est ensuite effectuée dans l'espace transformé pour chaque valeur du paramètre  $p$ . La

méthode d'homogénéisation élastique adoptée est celle proposée par Mori et Tanaka [154]. Cette dernière permet de calculer le tenseur de localisation, nécessaire pour le calcul du tenseur de rigidité du matériau homogène équivalent, en faisant l'hypothèse que la déformation moyenne de la matrice est égale à la déformation macroscopique appliquée à l'ensemble du système.

Le système comprend, dans le cas présenté ici, deux phases : les fibres et la résine. Le taux volumique des fibres est égal à 0.8 et 0.88 respectivement pour les torons sens chaîne et trame. Ceux-ci sont, avec la méthode d'homogénéisation adoptée, modélisés comme une inclusion cylindrique anisotrope noyée dans une matrice isotrope. Mura propose une description détaillée de ce schéma dans [155].

D'une manière identique à la démarche décrite dans [152], les valeurs des paramètres  $p$  choisis correspondent aux valeurs intermédiaires des inverses des temps de relaxation  $1/\tau_i$  (cf. tableau 4.1). Le tenseur de rigidité homogénéisé est ensuite obtenu en résolvant un système d'équations donné par l'équation suivante :

$$\underline{\hat{E}}(p) = \underline{E}_{\infty} + \sum_{k=1}^N \frac{p}{p + \frac{1}{\tau_k}} \underline{E}_k \quad (4.4)$$

où  $\underline{E}_{\infty}$  représente le tenseur de rigidité relaxé (obtenu pour  $p = \infty$ ) et  $N$  le nombre de temps caractéristiques.

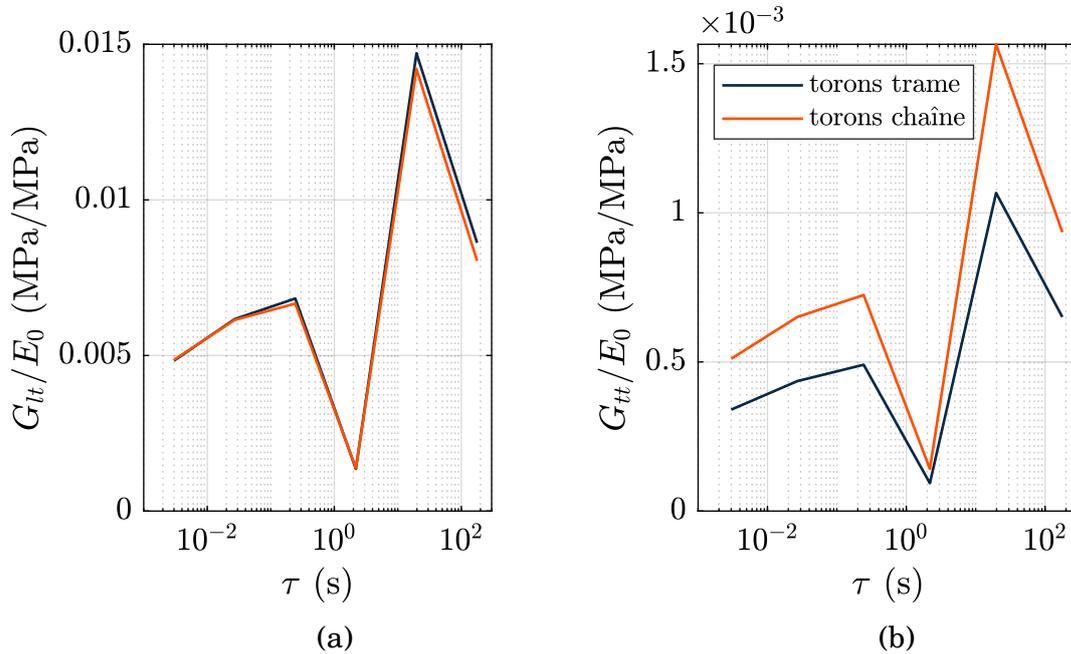


FIGURE 4.8 – Valeurs des modules de cisaillement homogénéisés en fonction du temps de relaxation.

La figure 4.8 illustre les résultats de cette homogénéisation en traçant les évolutions des modules de cisaillement homogénéisés en fonction des temps caractéristiques. Il

convient de rappeler que le taux volumique intra chaîne est différent de celui intra trame (cf. section 2.3.2) et, de ce fait, la démarche d'homogénéisation a été effectuée séparément pour les deux types de toron.

#### 4.2.2.3 Bilan et discussion

Le comportement homogène équivalent à l'échelle de torons a été obtenu avec une méthode d'homogénéisation, qui prend en compte les propriétés élastiques et viscoélastiques des constituants (fibre et résine). Étant donné que les propriétés élastiques de la fibre n'ont pas été évaluées au cours de ces travaux, les propriétés communiquées par Safran Composites ont été utilisées. À cet égard, il est nécessaire de fournir un élément de validation des valeurs utilisées. Celui-ci est présenté dans la section 4.4.2, qui compare les raideurs globales issues de la simulation numérique et mesurées.

En analysant les évolutions des modules de cisaillement obtenus par l'homogénéisation (tracées sur la figure 4.8), il est possible de remarquer qu'elles n'ont pas une forme classiquement trouvée dans la littérature mais semblent présenter des oscillations. Cependant, il faut souligner que ces dernières ne sont pas causées par une instabilité de la méthode d'homogénéisation (cet aspect est discuté en détail dans [152]) mais elles sont liées directement aux résultats de l'identification des paramètres viscoélastiques (cf. tableau 4.1). En particulier le poids obtenu pour le temps caractéristique de 2.187 s semble être sous-évalué. Afin de pouvoir conclure, il serait nécessaire d'analyser la sensibilité de la démarche d'identification autour de cette valeur et, éventuellement, réaliser des essais supplémentaires. Cependant, il convient de rappeler que la validation, présentée dans la section 4.2.1.3, a montré que les paramètres identifiés donnent des résultats satisfaisants dans la gamme des fréquences mécaniques testée.

## 4.3 Simulations numériques

Cette section a pour objectif de présenter les simulations numériques mises en place pour simuler des chargements cycliques ainsi que les démarches de post-traitement permettant l'évaluation des grandeurs d'intérêt. Les résultats issus des simulations numériques sont ensuite comparés aux résultats expérimentaux dans la section 4.4.

### 4.3.1 Modèle numérique

La figure 4.9 illustre le maillage voxelisé utilisé pour les simulations numériques. Celui-ci a été obtenu à partir de la tomographie effectuée sur l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04. Il s'agit alors d'une éprouvette 8C découpée dans le sens trame. Le maillage est composé d'environ 2 millions d'éléments hexaèdres à intégration réduite de type C3D8R. Les conditions aux limites sont de type cinématique [156]. La surface arrière a été encadrée, les déplacements de la surface avant ont été bloqués suivants les directions  $y$  et  $z$ . Le chargement mécanique correspond ensuite à un déplacement selon la direction  $x$  de cette face avant.

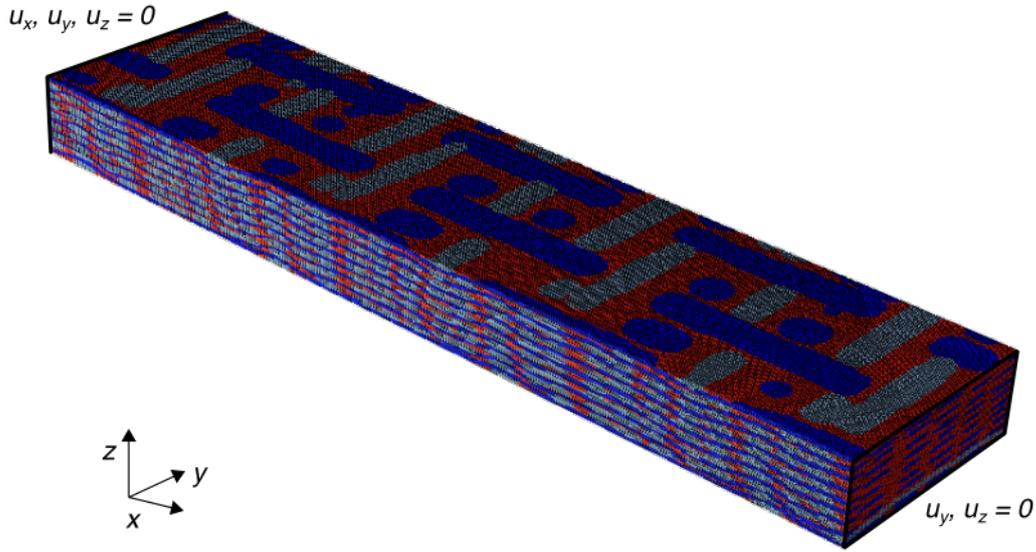


FIGURE 4.9 – Illustration du maillage voxelisé reconstruit à partir de la géométrie de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04.

### 4.3.2 Obtention des champs et des valeurs moyennes de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée

La contribution du couplage thermoélastique et l'énergie dissipée moyenne par cycle représentent les principales grandeurs d'intérêt, qui seront utilisées pour la corrélation essai/calculs. Les paragraphes suivants décrivent la démarche d'obtention de celles-ci à partir des résultats numériques.

#### 4.3.2.1 Couplage thermoélastique

Comme présenté dans la section 3.2.3.2, la valeur du couplage thermoélastique évaluée expérimentalement correspond à l'amplitude de la variation de la température réversible mesurée au cours des chargements cycliques. Afin de pouvoir corréler ces valeurs expérimentales aux résultats numériques, il est nécessaire de s'appuyer sur une expression qui relie les variations de la température aux variations de l'état de contrainte [88, 92] :

$$\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial \theta} : \dot{\underline{\varepsilon}}^e = -T_0 [\underline{\alpha}_t : \dot{\underline{\sigma}} - \dot{\theta} \underline{\alpha}_t : \underline{\underline{E}} : \underline{\alpha}_t] \quad (4.5)$$

$\underline{\alpha}_t$  représente le tenseur de dilatation thermique. Il est nécessaire de préciser que l'équation 4.5 est valable seulement si les variations de température  $\theta$  sont négligeables devant la température initiale  $T_0$  ( $\frac{\theta}{T_0} \ll 1$ ). Cette condition est validée pour les cas présentés dans la suite car les variations de température restent inférieures à 0.5 °C.

Par ailleurs, l'expression 4.5 peut être simplifiée en adoptant l'hypothèse suivante :  $T_0 \underline{\alpha}_t : \underline{\underline{E}} : \underline{\alpha}_t \ll \rho c_p$ . Il peut être démontré que cette dernière est valable pour la résine

ainsi que pour la fibre. À cet égard, la contribution thermoélastique prend la forme :

$$\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial \theta} : \dot{\underline{\varepsilon}}^e = -T_0 \underline{\alpha}_t : \dot{\underline{\sigma}} \quad (4.6)$$

Enfin, dans le cas d'un matériau isotrope, caractérisé par un seul coefficient de dilatation  $\alpha_t$ , on peut écrire :

$$\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \underline{\varepsilon}^e \partial \theta} : \dot{\underline{\varepsilon}}^e = -T_0 \alpha_t \cdot \text{tr}(\dot{\underline{\sigma}}) \quad (4.7)$$

Maintenant, il s'avère possible de relier la variation de l'état de contrainte local à l'évolution de la température due à la contribution du couplage thermoélastique. L'expression 4.7 sera utilisée uniquement pour les éléments de résine car le comportement de celle-ci est considéré comme isotrope. Il convient de rappeler que la valeur du coefficient de dilatation de la résine a été identifiée dans la section 4.2.1.3. Quant au tenseur de dilatation de la fibre, celui-ci n'a pas été identifié dans le cadre de ces travaux, cependant, il est possible de se servir des valeurs utilisées par Safran Composites, résumées dans le tableau 4.3.

longitudinal	transversal
$-0.62 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

TABLE 4.3 – Coefficients de dilatation de la fibre.

Étant donné que les torons représentent un assemblage des fibres avec de la résine, une méthode d'homogénéisation devrait être adoptée pour calculer les coefficients de dilatation équivalents. Schapery propose un bilan des méthodes qui peuvent être utilisées pour cet objectif [157]. Toutefois, les variations obtenues par rapport aux valeurs des coefficients de dilatation de la fibre seule restent, pour les taux volumiques intra torons investigués ici, négligeables. De ce fait, il a été décidé d'utiliser les coefficients de dilatation de la fibre directement à l'échelle des torons.

#### 4.3.2.2 Énergie dissipée moyenne par cycle

Pour une loi viscoélastique de type Maxwell généralisé, la dissipation intrinsèque  $\mathcal{D}$  peut être calculée selon l'expression suivante :

$$\mathcal{D} = \sum_{k=1}^N \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon}_k^v \quad (4.8)$$

où  $\underline{\varepsilon}_k^v$  jouent le rôle de variables internes associées aux temps caractéristiques  $\tau_k$ . L'évolution de ces variables internes est régit par l'équation :

$$\dot{\varepsilon}_k^v(t) = \frac{1}{\tau_k} (\underline{\varepsilon}(t) - \underline{\varepsilon}_k^v(t)) \quad (4.9)$$

Il convient de préciser que la dissipation  $\mathcal{D}$  exprime la quantité de puissance dissipée par unité de volume. Cependant, la grandeur évaluée expérimentalement correspond à

l'énergie dissipée par unité de volume moyenne par cycle  $\Delta^*$ . De ce fait, la dissipation intrinsèque, évaluée à partir des résultats numériques, doit être intégrée :

$$\Delta = \int_0^t \mathcal{D}(\mathcal{T}) d\mathcal{T} \quad (4.10)$$

pour que l'énergie dissipée moyenne par cycle puisse ensuite être estimée comme l'illustre la figure 4.10. Cette dernière trace l'évolution de l'énergie dissipée d'un élément de résine en parallèle avec la contrainte nominale macroscopique appliquée au modèle numérique.

La figure 4.11 présente les valeurs de l'énergie dissipée moyenne par cycle du même élément, obtenues durant les 5 premiers cycles appliqués. Bien que les valeurs diminuent tout au long de ces 5 cycles, la différence entre le premier et le deuxième cycle est, sans doute, la plus importante. À partir du deuxième cycle, il est possible d'observer une certaine stabilisation. Par souci de simplicité de post-traitements, la valeur retenue pour les comparaisons essais/calculs correspondra toujours à la valeur obtenue durant le deuxième cycle mécanique. Enfin, il convient de préciser que cette stabilisation a pu également être constatée à l'échelle globale, en faisant la moyenne volumique sur l'ensemble des éléments du modèle numérique (cf. figure 4.12).

#### 4.3.2.3 Obtention des champs et des valeurs moyennes

Maintenant que les démarches pour calculer l'amplitude du couplage thermoélastique et l'énergie dissipée moyenne par cycle ont été détaillées, il est possible de procéder à la définition des échelles d'analyse.

Les champs de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée sont évalués en appliquant leurs post-traitements respectifs à tous les éléments de la tranche/face d'intérêt. Les valeurs obtenues sont ensuite tracées sous la forme de cartographies, de la même façon comme pour les résultats expérimentaux (cf. section 3.2).

Quant aux valeurs globales, celles-ci sont obtenues en faisant la moyenne volumique sur tous les éléments de la zone d'intérêt. Dans ce qui suit, la zone d'intérêt peut correspondre à la face, à la tranche ou à l'ensemble du volume du modèle. Quand il s'agit de la tranche ou de la face, la moyenne est évaluée sur une seule couche d'éléments. L'épaisseur de celle-ci est ainsi déterminée par les dimensions du maillage utilisé et elle est égale à 0.24 mm dans le cas de la tranche et à 0.12 mm dans le cas de la face.

On remarque, par ailleurs, que les expressions 4.6 et 4.7 permettent d'effectuer la corrélation du couplage thermoélastique soit en comparant les variations de l'état de contrainte, soit en comparant les variations de la température. Le premier choix suppose l'attribution des propriétés physiques à la cartographie de couplage thermoélastique évaluée expérimentalement, la deuxième option nécessite l'attribution des propriétés physiques aux champs de contrainte simulés. C'est la deuxième voie qui a été retenue, notamment parce que la distinction entre la résine et les torons peut être effectuée plus facilement en utilisant le modèle numérique.

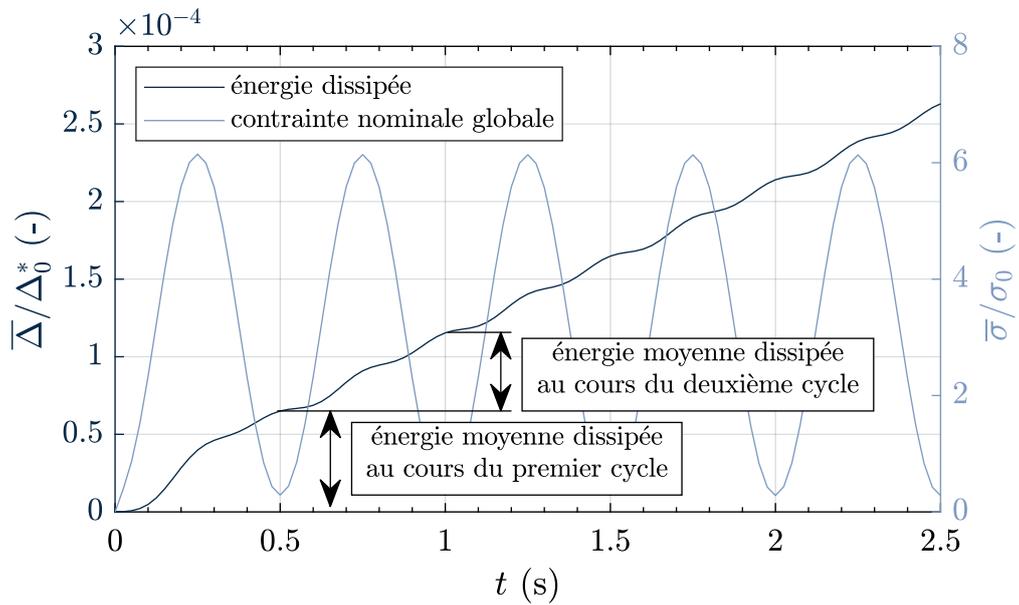


FIGURE 4.10 – Exemple d'évolution de l'énergie dissipée d'un élément de la résine en superposition avec le chargement nominal macroscopique.

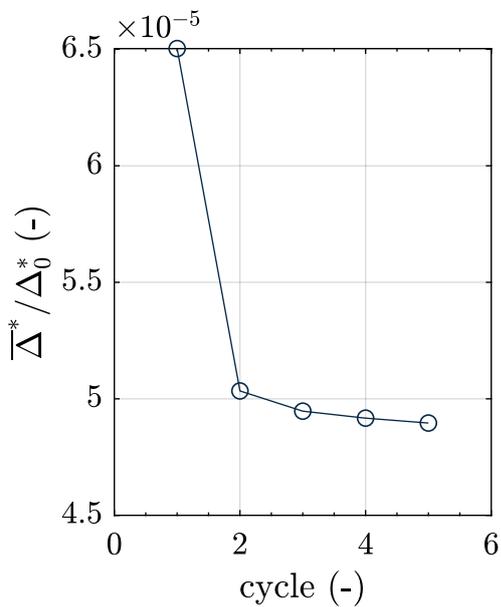


FIGURE 4.11 – Exemple d'évolution de l'énergie dissipée moyenne par cycle d'un élément de la résine au cours des 5 premiers cycles appliqués.

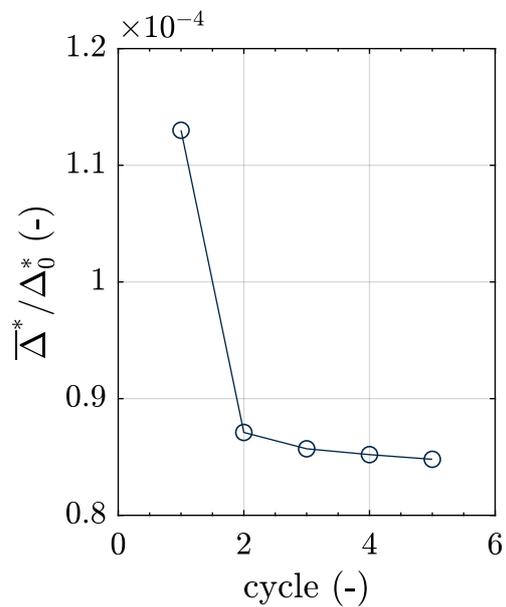


FIGURE 4.12 – Exemple d'évolution de l'énergie dissipée moyenne par cycle obtenue au cours des 5 premiers cycles appliqués en faisant la moyenne sur tous les éléments du modèle numérique.

### 4.3.3 Vérification des hypothèses du calcul

#### 4.3.3.1 Hypothèse de viscoélasticité

La section 4.2.1 a montré que la modélisation viscoélastique de la résine était pertinente pour les amplitudes de contrainte inférieures à 0.3 MPa/MPa (ce qui correspond à une contrainte maximale de 0.6 MPa/MPa pour le rapport de charge  $R = 0$  utilisé). Au-dessus de cette valeur, les prédictions du modèle de comportement identifié s'avèrent limitées car celui-ci ne permet pas de prendre en compte la plasticité. De ce fait, il est nécessaire d'établir des limites équivalentes pour la modélisation à l'échelle du composite. À cette fin, la contrainte équivalente de Von Mises  $\sigma_{eq}$  a été évaluée pour tous les éléments de la matrice, pour différentes valeurs de la contrainte nominale appliquée au modèle numérique. La figure 4.14 présente l'histogramme des valeurs obtenues pour une contrainte nominale de 6.15 MPa/MPa. Le calcul viscoélastique prédit que 66.6 % d'éléments de résine subissent une contrainte équivalente inférieure à 0.6 MPa/MPa.

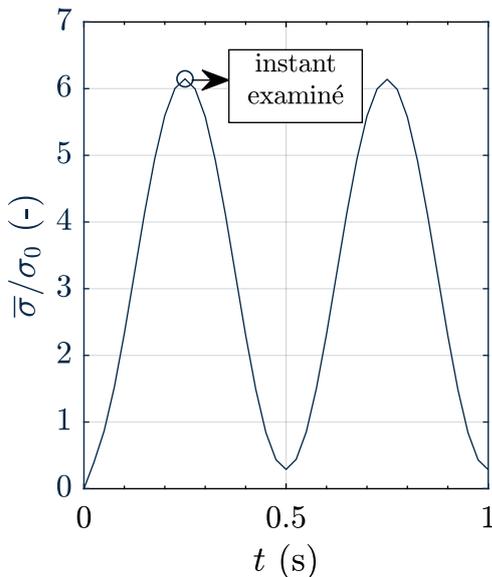


FIGURE 4.13 – Schématisation de l'instant choisi pour l'investigation de la distribution de la contrainte équivalente au sein de la matrice.

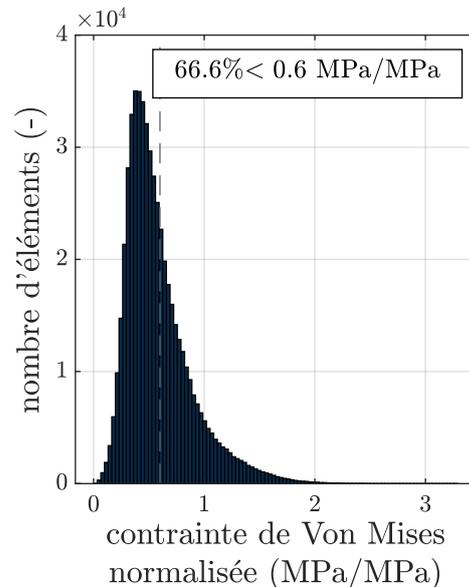


FIGURE 4.14 – Histogramme de la contrainte équivalente de Von Mises évaluée pour tous les éléments de matrice du modèle numérique pour une contrainte nominale de 6.15 MPa/MPa.

Néanmoins, il est nécessaire de souligner que cet indice, qui sera dans la suite dénoté comme  $I_{<0.6\text{MPa/MPa}}$ , reste approximatif. Étant donné que la plasticité n'est pas prise en compte durant la simulation, un éventuel ajout de celle-ci au modèle actuel conduirait à une redistribution de la contrainte au sein du matériau. De ce fait, la proportion d'éléments subissant une contrainte équivalente inférieure à 0.6 MPa/MPa serait elle aussi différente.

### 4.3. Simulations numériques

Toutefois, comme mentionné précédemment, la modélisation de la plasticité n'a pas été mise en place dans le cadre de cette thèse. De ce fait, l'indice  $I_{<0.6\text{MPa}/\text{MPa}}$  a été évalué uniquement à partir des calculs viscoélastiques. La figure 4.15 montre l'évolution de celui-ci pour différentes valeurs de la contrainte nominale. Ici, il convient de préciser que cette contrainte nominale correspond toujours à la contrainte maximale appliquée durant le premier cycle comme le montre la figure 4.13.

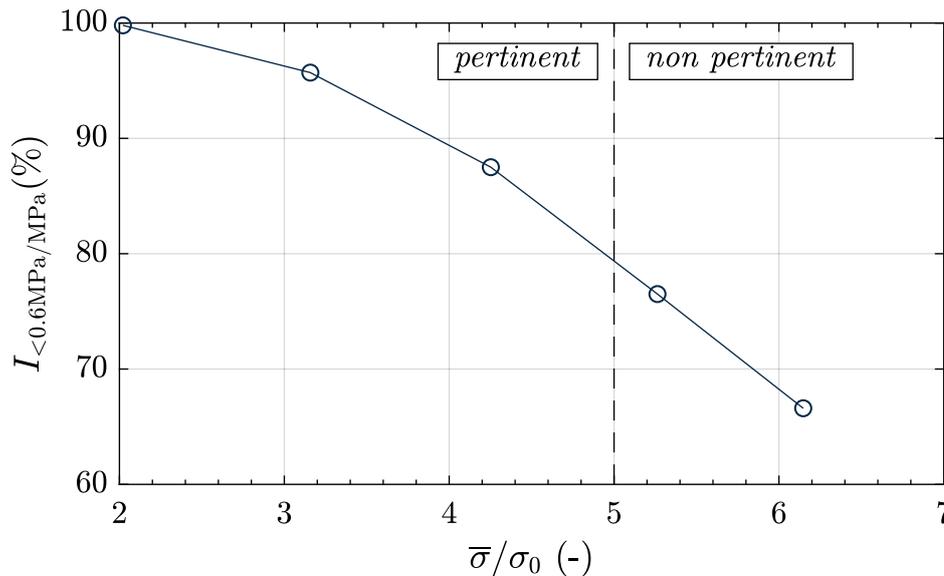


FIGURE 4.15 – Évolution de l'indicateur  $I_{<0.6\text{MPa}/\text{MPa}}$  pour différentes valeurs de contraintes nominales appliquées.

La figure 4.15 permet de constater que pour une contrainte nominale inférieure à 2 MPa/MPa, la quasi-totalité des éléments subit des contraintes équivalentes inférieures à 0.6 MPa/MPa. La plasticité n'atteint pas alors le seuil d'activation dans cet intervalle et, de ce fait, les résultats des calculs viscoélastiques peuvent être considérés comme pertinents. Pour les contraintes nominales inférieures à 4.5 MPa/MPa, l'indice  $I_{<0.6\text{MPa}/\text{MPa}}$  diminue jusqu'à une valeur d'environ 85%. Par conséquent, il est possible de s'attendre à une apparition progressive de la plasticité lorsque la contrainte nominale appliquée dépasse 2 MPa/MPa. Néanmoins, les valeurs de l'indice obtenues entre 2 MPa/MPa et 4.5 MPa/MPa permettent d'estimer que l'influence de la partie plastique reste limitée dans cette gamme de contrainte, notamment à l'échelle globale du modèle numérique. En outre, il convient de rappeler que l'utilisation d'un maillage voxelisé peut conduire à d'éventuelles concentrations de contrainte (cf. section 4.1.2) augmentant ainsi le nombre d'éléments de résine dépassant la contrainte équivalente de 0.6 MPa/MPa. Dans ce contexte et vis-à-vis de la précision des mesures expérimentales (des observations infrarouges ainsi que des mesures des propriétés physiques), les valeurs de l'énergie dissipée et du couplage thermoélastique obtenues à partir des simulations numériques pourront être comparées aux résultats expérimentaux jusqu'à la valeur de la contrainte nominale de 4.5 MPa/MPa. Enfin, en ce qui concerne les simulations numériques réalisées pour

des contraintes nominales supérieures à 5 MPa/MPa, celles-ci peuvent être impactées par la non prise en compte de la plasticité. De ce fait, les résultats numériques obtenus pour ces niveaux de contrainte doivent être interprétés avec prudence.

#### 4.3.3.2 Mode de sollicitation

Étant donné que la loi de comportement de la résine a été identifiée en traction, il convient de vérifier que ce type de sollicitation est globalement représentatif de celui subi par la résine au sein du composite lorsque ce dernier est sollicité par des chargements cycliques. Deux paramètres ont pour cela été analysés : la triaxialité des contraintes  $\eta$  et la pression hydrostatique  $p$  :

$$\eta = \frac{\frac{1}{3}tr(\underline{\sigma})}{\sigma_{eq}}, \quad p = -\frac{1}{3}tr(\underline{\sigma}) \quad (4.11)$$

Les figures 4.16 et 4.17 montrent les histogrammes de ces deux facteurs obtenus pour la contrainte nominale de 2 MPa/MPa. Cette dernière correspond à nouveau à la contrainte maximale appliquée au cours du premier cycle et les éléments analysés représentent la totalité des éléments de résine.

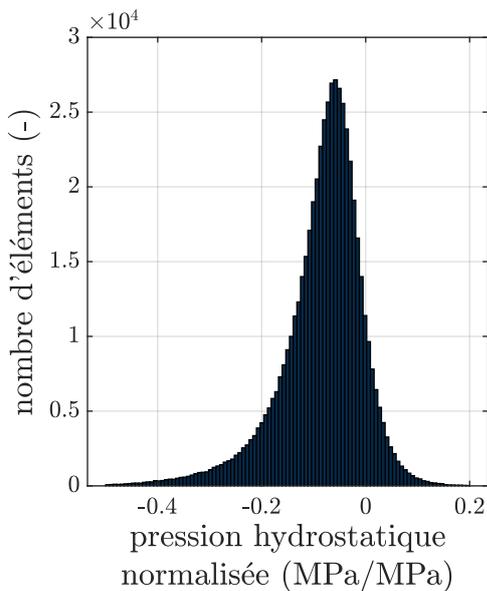


FIGURE 4.16 – Histogramme de la pression hydrostatique évaluée pour tous les éléments de matrice du modèle numérique pour une contrainte nominale de 2 MPa/MPa.

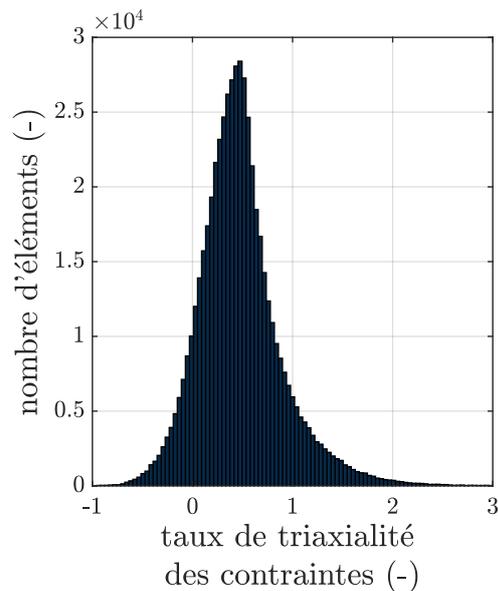


FIGURE 4.17 – Histogramme de la triaxialité des contraintes évaluée pour tous les éléments de matrice du modèle numérique pour une contrainte nominale de 2 MPa/MPa.

En analysant la figure 4.16, il est possible de constater que la pression hydrostatique n'est positive que pour 9.6% d'éléments. La proportion des éléments sollicités en compression semble être, de ce fait, marginale. La médiane de la triaxialité des contraintes,

calculée à partir de l’histogramme montré sur la figure 4.17, est égale à 0.44. En outre, 38.7% d’éléments se trouve dans l’intervalle entre 0.15 et 0.5 et, plus largement, 71.2% d’éléments rentrent dans l’intervalle entre 0.15 et 1. En considérant que la valeur de la triaxialité des contraintes de la traction uniaxiale correspond à 0.33, il est raisonnable de supposer que la traction uniaxiale est, dans une grande mesure, représentative des sollicitations subites par la résine et que la loi de comportement identifiée permettra de simuler la réponse mécanique du matériau d’étude.

## 4.4 Corrélations essai/calculs

### 4.4.1 Présentation de l’essai

Cette section cherche à présenter les comparaisons des résultats expérimentaux obtenus sur l’éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04, utilisée pour la reconstruction du modèle numérique, avec les résultats issus des simulations numériques. La figure 4.18 illustre schématiquement l’essai effectué sur cette éprouvette. Il s’agit d’une modification de l’essai d’auto-échauffement dont le protocole a été présenté dans la section 3.3.1.1. La fréquence de sollicitation appliquée durant les paliers consacrés aux observations infrarouges est de 2 Hz, celle utilisée pour les observations CCD est de 1 Hz.

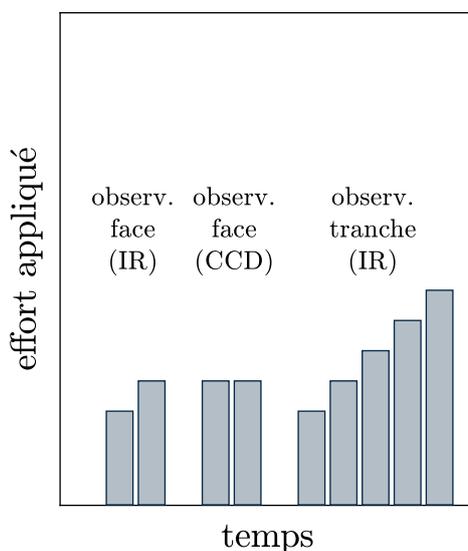


FIGURE 4.18 – Schématisation du protocole mécanique appliqué à l’éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 utilisée pour la reconstruction du modèle numérique.

L’objectif des deux premiers paliers est d’obtenir des observations expérimentales sur la face sans introduire d’endommagements dans le matériau. De ce fait, il a été décidé de n’effectuer que deux paliers de chargement et d’appliquer une amplitude de contrainte très faible. Les deux paliers instrumentés avec une caméra CCD visent à fournir des images qui peuvent être ensuite utilisées pour l’évaluation de la déformation

moyenne au moyens de suivi de marqueurs. Cette information est utilisée pour des comparaisons de la raideur globale. Enfin, les paliers suivants représentent un essai d'auto-échauffement classique. La caméra infrarouge a observé la tranche de l'éprouvette, la contrainte nominale augmente progressivement d'un palier à l'autre.

#### 4.4.2 Raideur globale

L'évaluation de la contrainte et déformation numériques macroscopiques se base sur les post-traitements des données expérimentales. La contrainte correspond ainsi à l'effort global obtenu sur le modèle numérique divisé par la section initiale. De même, la déformation globale représente le déplacement appliqué divisé par la longueur initiale.

La figure 4.19 permet de constater une excellente corrélation au niveau de la raideur globale et propose une comparaison des courbes contrainte/déformation obtenues à partir des mesures expérimentales et simulations numériques. La corrélation des aires d'hystérésis se montre, quant-à-elle, difficile du fait que la courbe obtenue expérimentalement est légèrement bruitée et car l'hystérésis lié au comportement visqueux est à ce niveau de contrainte très faible. Enfin, il est possible de remarquer que la simulation numérique prédit correctement la déformation résiduelle obtenue à la fin du premier cycle de chargement.

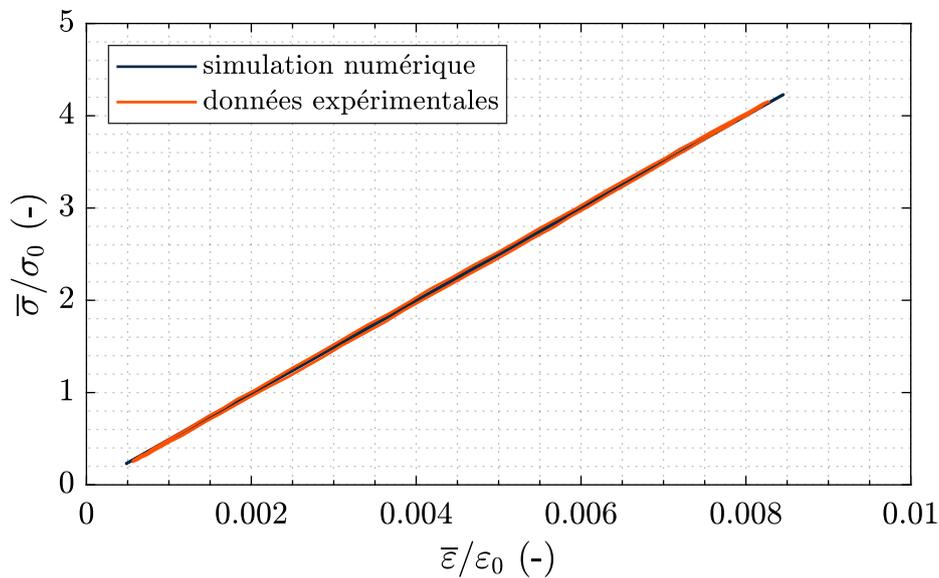


FIGURE 4.19 – Comparaison de la courbe contrainte/déformation obtenue sur l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 durant le deuxième cycle appliqué avec une fréquence mécanique de 1 Hz avec la courbe contrainte/déformation obtenue à partir des simulations numériques.

### 4.4.3 Comparaisons moyennes à l'échelle de l'éprouvette

Cette section présente les comparaisons des valeurs moyennes obtenues expérimentalement avec des résultats numériques. La figure 4.20 présente les valeurs moyennes de l'amplitude du couplage thermoélastique obtenues respectivement sur la face et sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04. Il est possible de constater que les valeurs obtenues sur la face sont, pour la même amplitude de contrainte, supérieures aux valeurs obtenues sur la tranche. Ce constat est, par ailleurs, vrai pour les valeurs expérimentales et numériques. En ce qui concerne les comparaisons essai/calculs, les simulations numériques sous-estiment systématiquement les valeurs obtenues expérimentalement. De ce fait, il est possible d'observer un écart entre les courbes expérimentales et numériques. Par ailleurs, celui-ci ne semble pas être dépendant de la zone d'observation. En outre, il est possible de remarquer que la linéarité est, à cette échelle, perdue à partir de la valeur de 4 MPa/MPa comme en témoignent les résultats expérimentaux obtenus sur la tranche.

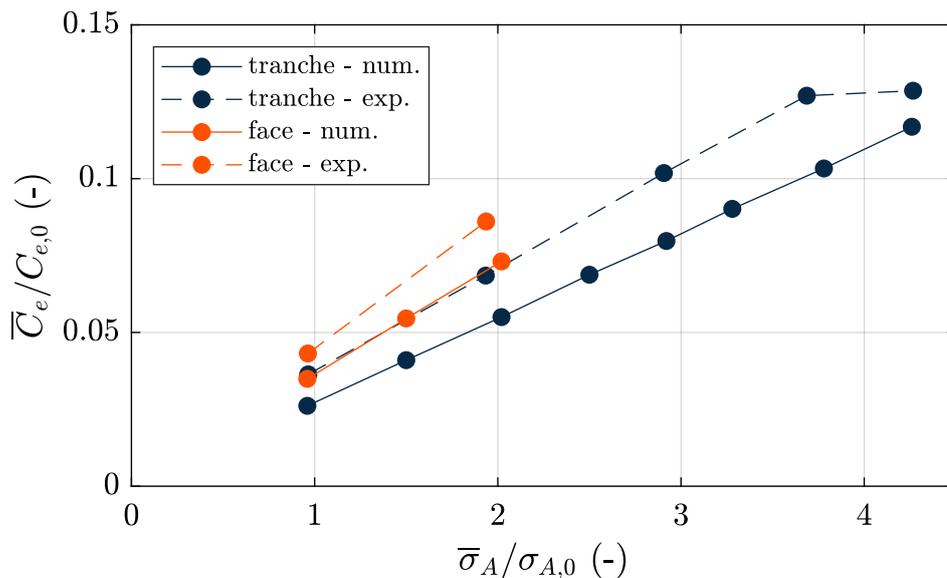


FIGURE 4.20 – Comparaison des courbes de couplage thermoélastiques expérimentales et numériques obtenues sur l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04.

Le graphique 4.21 montre une bonne corrélation entre les valeurs de l'énergie dissipée moyenne par cycle expérimentales et numériques jusqu'à l'amplitude de contrainte de 2,9 MPa/MPa. Ensuite, les courbes divergent et les simulations numériques commencent à sous-estimer les valeurs obtenues à partir des mesures infrarouges. En outre, il est possible de constater que la différence entre les valeurs numériques moyennes obtenues sur la tranche et l'ensemble du volume s'avère faible.

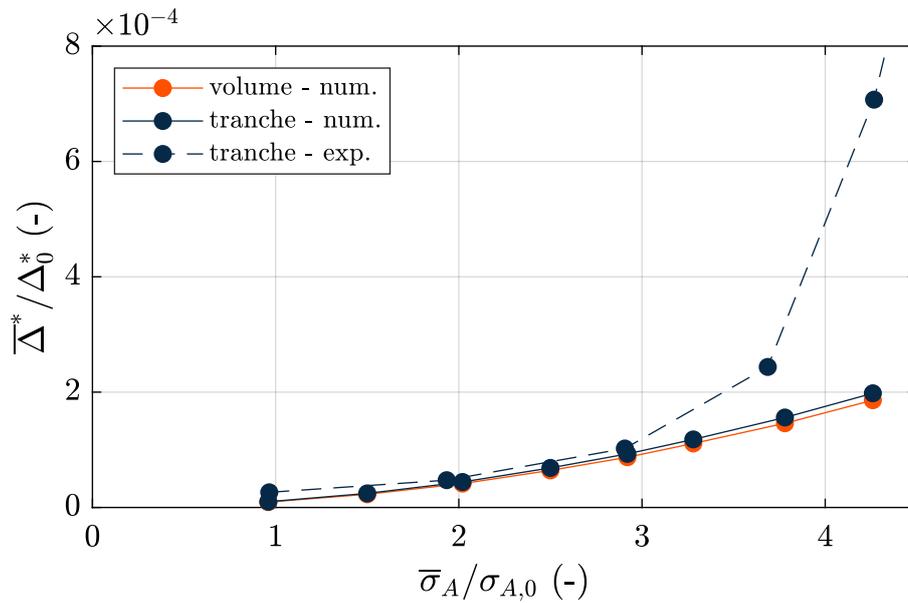


FIGURE 4.21 – Comparaison des courbes d'énergie dissipée expérimentales et numériques obtenues sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04.

#### 4.4.4 Comparaison des champs

La figure 4.22 compare le champs de couplage thermoélastique expérimental et numérique obtenu sur la face pour l'amplitude de contrainte de 1.9 MPa/MPa. D'une manière globale, il est possible d'observer les mêmes tendances sur les deux cartographies. Les zones de localisation autour des fibres transversales, pour lesquelles on note des amplitudes de couplage thermoélastique élevées, sont bien prédites par le modèle numérique. En outre, ce dernier semble également bien prédire les valeurs mesurées au sein des torons longitudinaux, c-à-d. des torons en sens trame, qui sont parallèles à la direction de la sollicitation. Quant aux valeurs évaluées au sein des torons transversaux, celles-ci s'avèrent systématiquement sous-estimées par rapport aux valeurs expérimentales. Enfin, il convient de préciser que la précision des mesures infrarouges réalisées sur la face n'est pas suffisante (à cause d'une dérive de la température ambiante) pour l'évaluation d'une cartographie d'énergie dissipée et, de ce fait, la comparaison entre le champ expérimental et numérique de cette grandeur ne peut pas être présentée dans cette section.

Les champs de couplage thermoélastique obtenus sur la tranche sont présentés sur la figure 4.23. La figure 4.23a met bien en relief la corrélation entre les zones de localisation prononcées sur les cartographies numériques et expérimentales. Celles-ci se présentent sous forme de bandes verticales qui se répètent périodiquement selon la longueur de la région d'intérêt. Cependant, les zones de localisation apparaissant sur les cartographies obtenues à partir des mesures expérimentales se montrent plus diffuses. Cet aspect s'accroît encore davantage pour les amplitudes de contrainte plus élevées comme le montrent les figures 4.23b, 4.23c et 4.23d. Par ailleurs, les cartographies de couplage thermoélastique permettent de repérer certaines zones de localisation provoquées par les

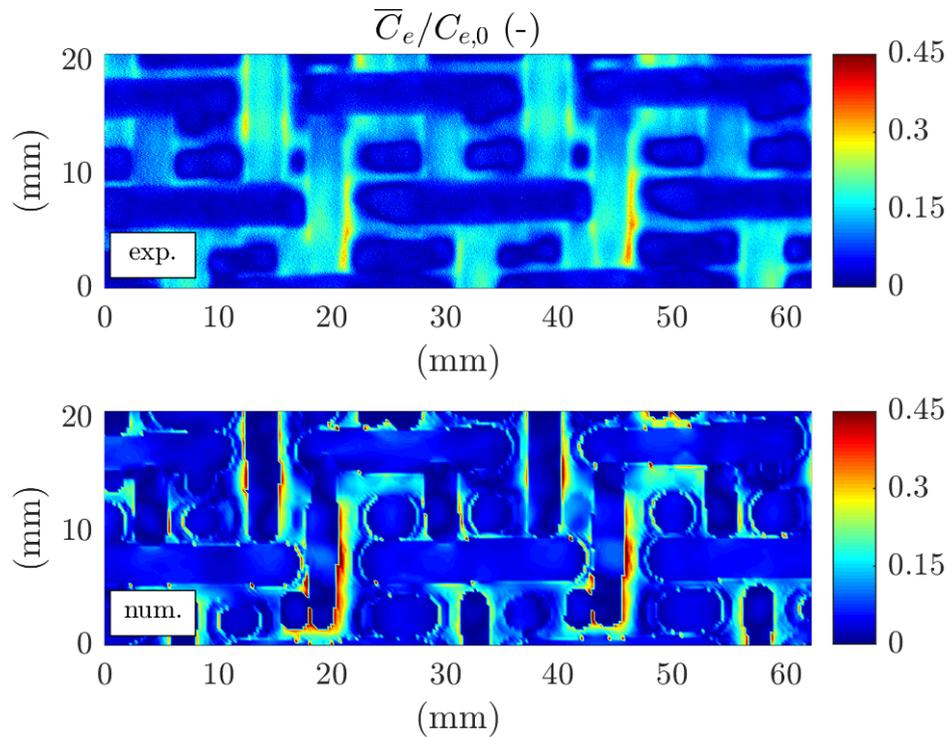
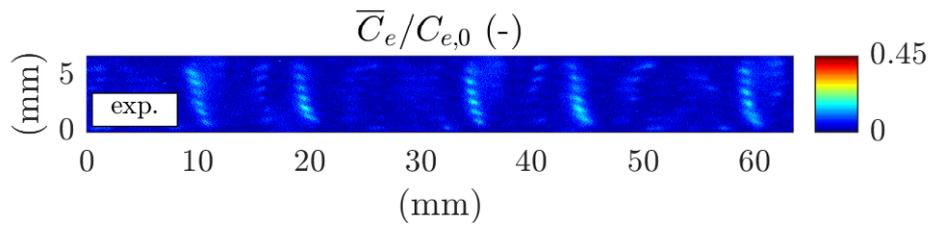


FIGURE 4.22 – Comparaison des champs de couplage thermoélastique expérimentaux et numériques obtenus pour une amplitude de contrainte de 1.9 MPa/MPa sur la face de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 sollicitée avec une fréquence de chargement 2 Hz et un rapport de charge  $R = 0.05$ .

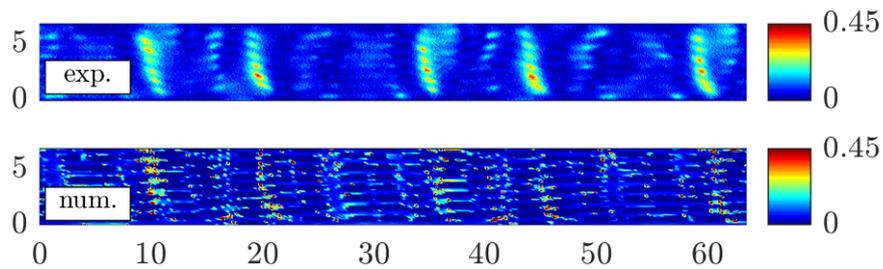
concentrations de contrainte provenant de l'utilisation d'un maillage voxelisé. Cependant, ceux-ci se montrent bien isolés et peu nombreux.

La figure 4.23d met en évidence les changements de contraste captés par les observations expérimentales. En effet, les zones encadrées regroupent les endroits caractérisés par une perte locale de l'amplitude de couplage thermoélastique. Ces trois pertes locales sont associés aux événements thermiques qui se sont produits sous l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa. Ces événements sont illustrés sur la figure 4.25 et il convient de préciser qu'il s'agit des premiers événements thermiques détectés.

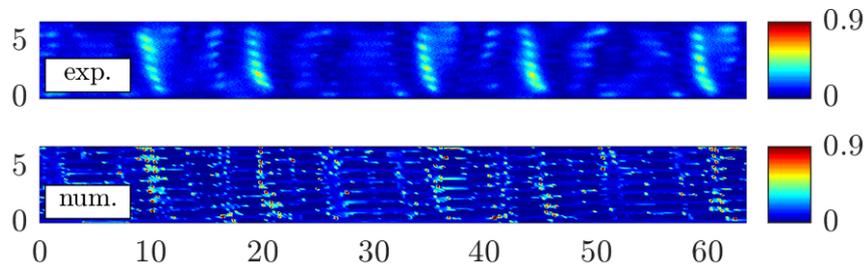
La figure 4.24 compare les cartographies d'énergie dissipée numériques avec celles obtenues à partir des mesures expérimentales. Les bandes de localisation apparaissant sur les cartographies numériques coïncident globalement avec celles présentes sur les cartographies expérimentales. Il est cependant évident que les zones de localisation présentes sur les cartographies expérimentales se montrent plus diffuses. Les zones de localisation présentes sur les cartographies d'énergie dissipée numériques sont, quant-à-elles, bien délimitées et montrent un lien direct avec la microstructure.



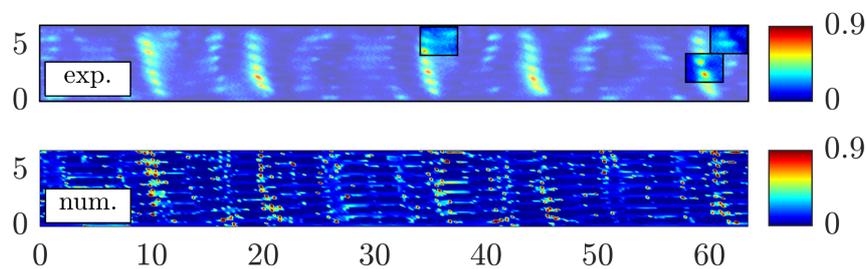
(a) amplitude de contrainte 1 MPa/MPa



(b) amplitude de contrainte 1.9 MPa/MPa

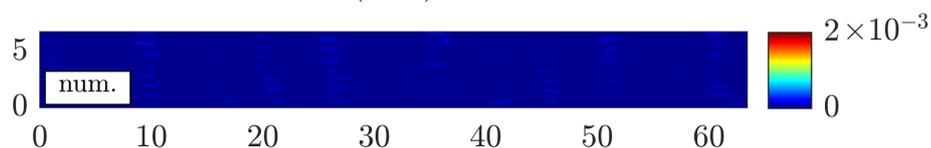
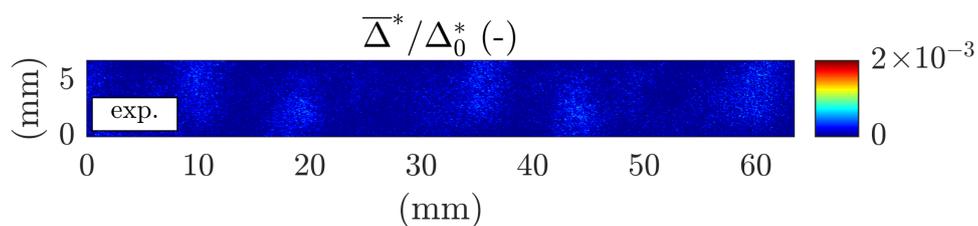


(c) amplitude de contrainte 2.9 MPa/MPa

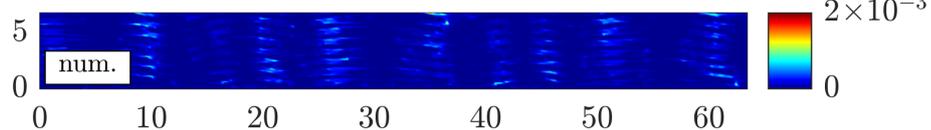
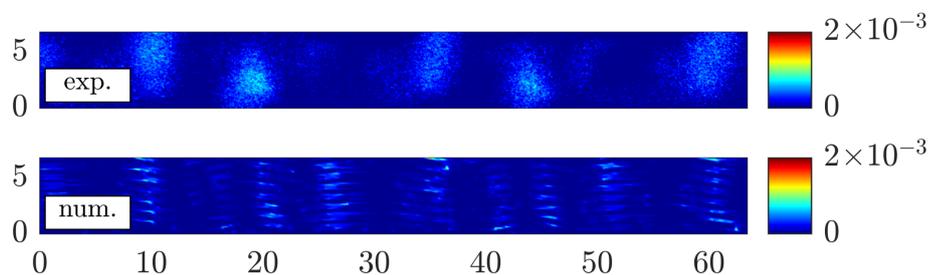


(d) amplitude de contrainte 3.7 MPa/MPa

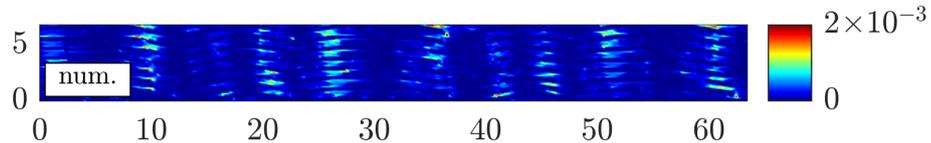
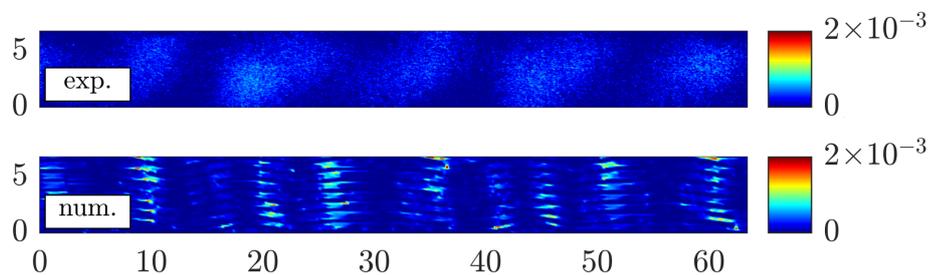
FIGURE 4.23 – Comparaison des champs de couplage thermoélastique expérimentaux et numériques obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 sollicitée avec une fréquence de chargement 2 Hz et un rapport de charge  $R = 0.05$ .



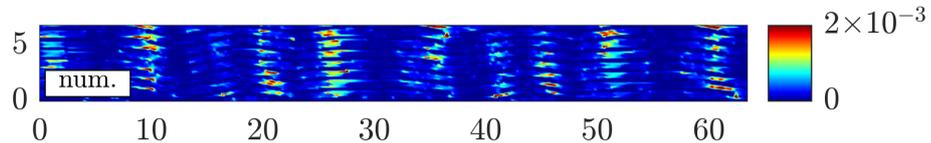
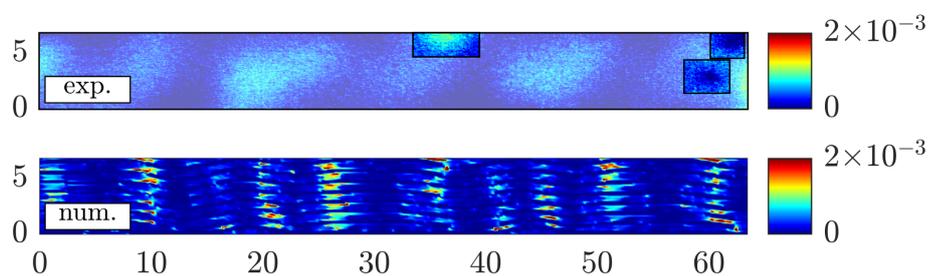
(a) amplitude de contrainte 1 MPa/MPa



(b) amplitude de contrainte 1.9 MPa/MPa



(c) amplitude de contrainte 2.9 MPa/MPa



(d) amplitude de contrainte 3.7 MPa/MPa

FIGURE 4.24 – Comparaison des champs de expérimentaux et numériques obtenus sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 sollicitée avec une fréquence de chargement 2 Hz et un rapport de charge  $R = 0.05$ .

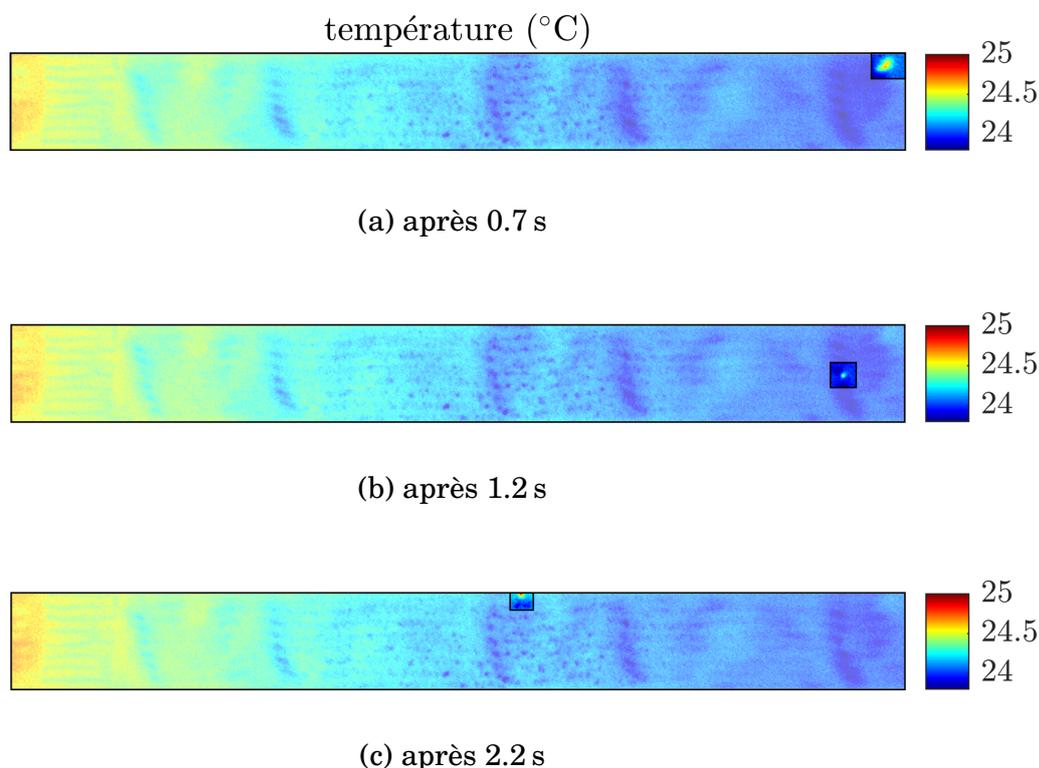


FIGURE 4.25 – Cartographies de température obtenues sur l'éprouvette 888-3D208-9-B-SN01-TE90-04 sollicitée avec une amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa, une fréquence de 2 Hz et un rapport de charge  $R = 0.05$ .

Comme dans le cas des champs de couplage thermoélastique, la figure 4.24d met en lumière les changements de contraste apparaissant pour l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa. À nouveau, ceux-ci sont le résultat des événements thermiques qui se sont produits durant les chargements cycliques appliqués lors du quatrième palier. Comme précisé précédemment, ces événements thermiques peuvent être facilement repérés sur les cartographies de température présentées sur la figure 4.25.

#### 4.4.5 Bilan

Les premières comparaisons concernent les courbes contrainte/déformation. Comme précisé dans la section 4.2.2, la corrélation de la raideur globale constitue un élément de validation des propriétés élastiques de la fibre et, dans une moindre mesure, des valeurs des taux volumiques intra torons utilisées pour l'homogénéisation. À cet égard, la bonne corrélation constatée dans la section 4.4.2 confirme que le modèle numérique permet de prédire correctement la réponse élastique à l'échelle globale.

Les courbes de couplage thermoélastique mettent en évidence un écart entre les résultats expérimentaux et numériques (cf. figure 4.20). Celui-ci peut être constaté pour

les évolutions obtenues sur la tranche ainsi que sur la face. Une mauvaise prédiction de la distribution de contrainte pourrait expliquer cet écart. Cependant, les champs de couplage thermoélastique expérimentaux et numériques dévoilent les mêmes tendances même à l'échelle locale (cf. figures 4.22 et 4.23). De ce fait, l'écart constaté entre les courbes de couplage thermoélastique est probablement due aux valeurs des propriétés physiques utilisées. Il conviendrait, notamment, d'effectuer davantage de vérifications concernant les propriétés de la fibre (densité, chaleur spécifique et coefficients de dilatation). Toutefois, en ne disposant pas d'échantillon de celle-ci, ces vérifications n'ont pas pu être effectuées.

Le chapitre 3 a montré que la création d'endommagements se traduit par une perte de linéarité de l'amplitude de couplage thermoélastique. La courbe de couplage thermoélastique obtenue expérimentalement sur la tranche montre que, dans le cas présenté, cette perte intervient à l'échelle globale autour d'une amplitude de contrainte de 4.3 MPa/MPa. Il est alors possible de s'attendre à un développement d'endommagements durant ce palier et, éventuellement, durant le palier précédent.

Comme constaté dans le paragraphe précédent, les champs de couplage thermoélastique montrent des gradients similaires à l'échelle locale et confirment que les zones de localisation observées sur les cartographies numériques coïncident avec celles détectées sur les cartographies expérimentales. Ces constats valident que la distribution de la contrainte est globalement bien prédite par le modèle numérique. En outre, il a été constaté que les zones de localisation observées sur les cartographies expérimentales sont plus diffuses. Cet aspect est plus prononcé pour les observations réalisées sur la tranche et peut être expliqué par la diffusion locale, qui n'est pas prise en compte lors des simulations numériques. Il en ressort que les zones de localisation obtenues numériquement sont mieux délimitées car leurs calculs se basent directement sur l'état de contrainte local.

Enfin, la cartographie de couplage thermoélastique obtenue expérimentalement pour l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa montre des changements de contraste qui peuvent être directement reliés aux événements thermiques produits durant ce palier. Les endommagements, traduits par ces événements thermiques, sont, par ailleurs, dans une grande mesure responsable de la perte de linéarité observée sur la courbe de couplage thermoélastique lors du palier suivant.

Les valeurs de l'énergie dissipée expérimentales et numériques moyennes montrent une bonne corrélation jusqu'à l'amplitude de contrainte de 3 MPa/MPa. Néanmoins, il convient de rappeler que la section 4.3.3.1 constate que les résultats numériques obtenus pour les valeurs de la contrainte nominale supérieure à 5 MPa/MPa ne peuvent pas être comparés directement aux résultats expérimentaux car le modèle numérique ne permet pas de prendre en compte le comportement plastique de la résine. De ce fait, les valeurs de l'énergie dissipée issues des simulations numériques pour les amplitudes de contrainte supérieures à 2.5 MPa/MPa devraient être interprétées avec prudence. Cependant, la bonne corrélation observée en dessous de ce seuil confirme que pour ces niveaux de contrainte la viscoélasticité constitue la source majeure de l'énergie dissipée globale. En outre, la divergence entre les courbes expérimentales et numériques détectée pour l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa peut être expliquée par l'apparition

des endommagements détectés car l'augmentation de l'énergie dissipée captée par les mesures expérimentales ne peut pas être expliquée ni par la viscoélasticité ni par le développement progressif de la plasticité.

En ce qui concerne les cartographies d'énergie dissipée, celles-ci montrent à nouveau une bonne corrélation des tendances à l'échelle locale. Cependant, il est possible de constater une influence accrue de la diffusion, qui rend les cartographies expérimentales floues. Il convient de rappeler que la durée de l'intervalle d'identification est égale à 4 s. Étant donné que l'énergie dissipée est évaluée sur toute la durée de cet intervalle, il est logique que celle-ci s'avère plus influencée par les effets de diffusion locale par rapport à la contribution du couplage thermoélastique, qui varie, dans ce cas, avec une fréquence de 2 Hz. Il est, toutefois, possible de constater que la position des zones de localisation semble être bien prédite par le modèle numérique. Rappelons que la cartographie d'énergie dissipée obtenue expérimentalement pour l'amplitude de contrainte de 3.7 MPa/MPa reflète également l'apparition des endommagements traduits par les événements thermiques.

## 4.5 Bilan

Ce chapitre a présenté la mise en place d'un dialogue essai/calculs qui avait pour objectif d'améliorer la description du scénario d'énergie dissipée présenté pour la première fois dans la section 3.5. L'accent a été mis sur le premier régime, notamment parce que les résultats issus des simulations numériques s'avèrent pertinents dans la gamme de contrainte associée. La figure 4.26 présente une description schématique du scénario de dissipation associé à ce premier régime.

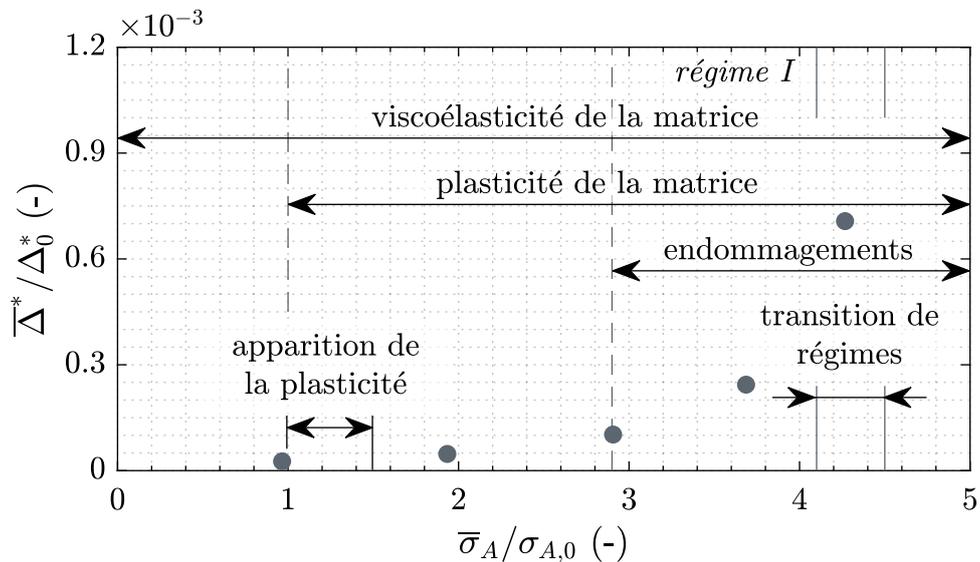


FIGURE 4.26 – Schématisation du scénario de dissipation du régime I.

Les corrélations essai/calculs confirment que la viscoélasticité constitue la source de dissipation majeure pour les amplitudes de contrainte inférieures à 1 MPa/MPa. Au dessus de ce seuil, il est possible de s'attendre à une apparition progressive de la plasticité. Toutefois, la bonne corrélation des résultats issus des calculs viscoélastiques avec les résultats expérimentaux indiquerait que la viscoélasticité reste la source de dissipation prépondérante jusqu'à l'amplitude de contrainte de 3 MPa/MPa. Au-dessus de ce seuil, la création des endommagements commence à contribuer d'une façon importante à la valeur de l'énergie dissipée globale. Cette augmentation, captée par les mesures expérimentales, se traduit par la divergence entre les courbes d'énergie dissipée expérimentales et numériques et marque la fin de l'intervalle de validité du modèle numérique mis en place.

## 4.6 Perspectives

Il convient de terminer ce chapitre avec le bilan des perspectives principales évoquées au cours de la mise en place du dialogue essai/calculs présenté. Il a été constaté qu'il serait intéressant de raffiner l'identification des propriétés viscoélastiques afin de pouvoir élargir la gamme des fréquences mécaniques étudiées par simulations numériques. Il serait ensuite possible de mettre en évidence l'influence de la fréquence mécanique sur l'énergie dissipée et ces résultats numériques pourraient également être comparés aux résultats expérimentaux.

Une autre perspective naturelle est l'intégration de la partie plastique pour pouvoir évaluer la contribution de ce mécanisme dissipatif sur le bilan énergétique. Cette évaluation compléterait ainsi la description quantitative de l'énergie dissipée associée au premier régime.

Enfin, les endommagements représentent un autre mécanisme dissipatif qui mériterait d'être intégré dans les simulations numériques. Il s'agit notamment de la modélisation des premiers endommagements détectés, qualifiés aussi comme micro-endommagements. Cette modélisation pourrait éventuellement permettre d'évaluer l'influence des concentrations de contrainte, résultant de ces endommagements, sur l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique.



# Vers la caractérisation rapide en fatigue

## Sommaire

---

5.1	Bibliographie . . . . .	150
5.1.1	Mécanismes d'endommagement en fatigue des composites à fibres continues . . . . .	150
5.1.2	La durée de vie en fatigue . . . . .	153
5.1.3	Modèles empiriques utilisés pour le dimensionnement en fatigue .	154
5.2	Caractérisation expérimentale en fatigue . . . . .	155
5.2.1	Caractérisation thermomécanique . . . . .	155
5.2.2	Caractérisation de la durée de vie . . . . .	162
5.2.3	Bilan et discussions . . . . .	166
5.3	Protocole de caractérisation rapide classique . . . . .	168
5.3.1	Critère énergétique . . . . .	168
5.3.2	Confrontation aux résultats expérimentaux . . . . .	170
5.3.3	Bilan et discussions . . . . .	172
5.3.4	Perspectives . . . . .	172
5.4	Identification d'un critère « ingénieur » à partir d'une approche mixte . . .	173
5.4.1	Choix du critère et stratégie d'identification des paramètres . . . .	173
5.4.2	Confrontation aux résultats expérimentaux . . . . .	175
5.4.3	Bilan et discussions . . . . .	175
5.4.4	Perspectives . . . . .	177
5.5	Bilan . . . . .	177

*Ce chapitre cherche à ouvrir la voie à la caractérisation rapide des propriétés en fatigue en s'appuyant sur les résultats de caractérisation thermomécanique présentés dans les chapitres précédents.*

*Le chapitre débute par une revue bibliographique qui décrit les mécanismes d'endom-*

*magement en fatigue, caractéristiques pour les composites à fibres longues. Le comportement en fatigue typique pour cette famille de matériau est discuté. Enfin, cette revue se termine par un bilan des modèles empiriques les plus couramment utilisés pour le dimensionnement en fatigue.*

*La deuxième section fait le bilan des résultats expérimentaux obtenus durant cette étude. La caractérisation thermomécanique est effectuée à l'échelle de l'éprouvette. En se basant sur la bibliographie, ces résultats sont interprétés pour comprendre l'évolution de la réponse thermomécanique typique, durant un essai de fatigue. La caractérisation de durée de vie est, quant à elle, effectuée via des analyses de la relation entre l'amplitude de contrainte et le nombre de cycles à rupture et également via des analyses de la relation entre l'énergie dissipée moyenne et le nombre de cycles à rupture.*

*La troisième section analyse la capacité du protocole de caractérisation rapide classique à prédire la durée de vie en fatigue. Ce protocole permet d'estimer la durée de vie d'un matériau via l'utilisation d'un critère énergétique. Enfin, ces prédictions sont confrontées aux résultats expérimentaux et les limites de cette approche sont discutées.*

*L'avant-dernière section propose une nouvelle approche pour identifier un critère « ingénieur » à partir des résultats des essais de traction et d'auto-échauffement. Deux versions de cette approche sont élaborées, basées sur l'existence supposée ou non d'une limite de fatigue. Les prédictions sont également confrontées aux résultats expérimentaux et la section se termine avec un bilan et discussions.*

## **5.1 Bibliographie**

### **5.1.1 Mécanismes d'endommagement en fatigue des composites à fibres continues**

Le comportement en fatigue des matériaux composites est relativement complexe. Qu'il s'agisse des composites stratifiés [158-160], des composites tissés 2D [161, 162] ou des composites tissés 3D [3, 162], il est possible de distinguer classiquement 3 phases (cf. figure 5.1) qui s'expriment lorsqu'un composite est soumis à des sollicitations cycliques. Durant la *phase I*, le matériau perd rapidement une partie de sa rigidité initiale. Cette perte se stabilise ensuite pour arriver sur un plateau quasi-constant caractéristique pour la *phase II*. La dernière accélération de la perte de rigidité, qui intervient durant la *phase III*, est ensuite rapidement suivie par la rupture finale. Enfin, l'interprétation physique de ces phases dépend de l'architecture du matériau et sera traitée séparément dans les sections suivantes.

#### **5.1.1.1 Stratifiés unidirectionnels**

Les composites stratifiés subissent, en général, de l'endommagement dès les premiers cycles appliqués et même pour des chargements relativement faibles. La progression de l'état d'endommagement se fait, quant à elle, en plusieurs étapes. Les différents mécanismes d'endommagement qui peuvent être observés au cours d'un essai de fatigue sont identiques à ceux constatés pour les essais statiques : micro-endommagements

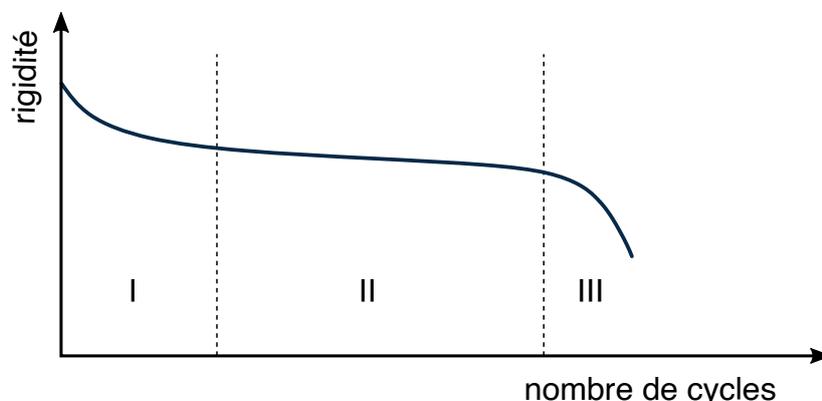


FIGURE 5.1 – Illustration de l'évolution de la rigidité au cours d'un essai de fatigue.

(blanchissement de la résine), ruptures matricielles, ruptures d'interfaces et délaminages ou encore rupture de fibres et de torons [158, 162-165].

La micro-fissuration de la résine apparaît, en général, au cours des premiers cycles. De nombreuses fissures parallèles sont introduites dans le matériau quand celui-ci est sollicité et tant que le chargement continue à être appliqué, la densité de fissures augmente. Les fissures se propagent et coalescent. Ce processus continue jusqu'au début de la phase II caractérisée par une saturation provoquée par une redistribution de la contrainte qui limite l'initiation de nouvelles fissures. Cet état de saturation est considéré être indépendant de l'histoire de chargement. La littérature appelle celui-ci généralement « l'état d'endommagement caractéristique » (*Characteristic Damage State, CDS*) [162, 166].

Le mécanisme d'endommagement dominant durant la phase II est le délaminage. Celle-ci peut être initiée proche du bord ou à l'intérieur du stratifié et continuera à se propager au cours de l'essai. La phase III est caractérisée par la propagation du délaminage accompagnée par la rupture de fibres. Enfin, l'accumulation de différents types d'endommagement entraîne la rupture finale de l'éprouvette [162, 166].

### 5.1.1.2 Composites tissés

Les endommagements en fatigue des composites tissés à l'échelle microscopique sont analogues à ceux observés dans le cas des composites stratifiés. Ceux-ci sont les micro-fissurations de la résine, les déchaussements fibre/matrice, coalescence des fissures et les ruptures de fibres. Quant à l'échelle macroscopique, l'architecture spécifique des composites tissés impose une cinématique plus complexe qui comprend des fissures transverses, des fissures de cisaillement, de la fissuration dans les poches de résine, des délaminages chaîne/trame et éventuellement des délaminages entre différents plis

quand il s'agit d'un composite tissé stratifié [162, 167, 168].

Le scénario d'endommagement d'un essai de fatigue pour les composites tissés est au début semblable à celui constaté pour les stratifiés unidirectionnels. Les premières fissures transversales et les premières micro-fissures entraînent une perte de rigidité rapide, observable durant la phase I. L'évolution de celle-ci se stabilise ensuite en raison de l'entrelacement des torons qui ralentit la progression de l'endommagement.

La phase II est caractérisée notamment par la fissuration de torons par cisaillement et par l'initiation et la propagation des délaminages entre les torons chaîne et trame et éventuellement entre différents plis. Si le chargement se poursuit, l'accumulation de différents types d'endommagement deviendra suffisamment importante pour entraîner une nouvelle chute de rigidité rapide qui sera suivie par la rupture finale (phase III) [168-171].

### Composites tissés interlocks

Pour mettre l'accent sur les composites tissés de type interlock, il convient de citer les travaux de Tsai [172], qui a étudié le développement des endommagements au cours d'un essai de fatigue pour un interlock couche à couche carbone/époxy. Tsai distingue cinq étapes différentes qui décrivent la dégradation progressive du matériau. Ces cinq étapes sont schématiquement illustrées sur la figure 5.2 qui présente un matériau interlock sollicité dans la direction chaîne.

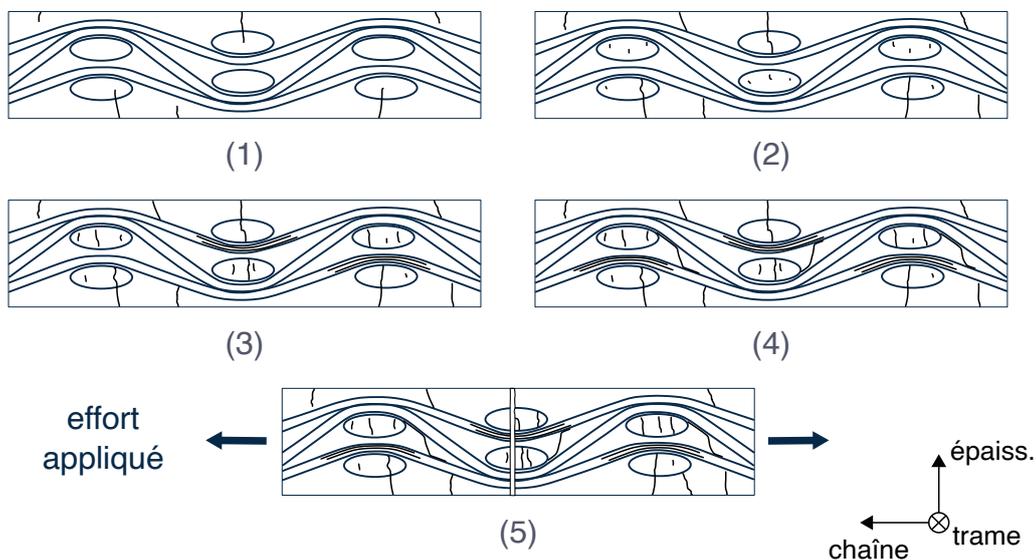


FIGURE 5.2 – Illustration de l'évolution des endommagements au cours de la durée de vie pour un composite interlock selon Tsai [172].

Dans un premier temps, des fissures transversales apparaissent sur la surface. Celles-ci se propagent dans les torons perpendiculaires à la direction de sollicitation (torons sens trame). Ensuite, des fissures commencent à se produire au cœur de ces torons sens chaîne. La troisième étape est caractérisée par la décohésion entre les torons chaîne et

trame et par les premières ruptures de fibres constatées au sein des torons chaîne. Ces décohésions se propagent et les ruptures de fibres continuent à se produire durant la quatrième étape qui précède la rupture finale.

La thèse de Henry [3] représente une autre référence importante car elle analyse les mécanismes d'endommagements en fatigue des composites interlocks par une approche multi-instrumentale. Les mesures par émission acoustique ont confirmé que la phase I, qui est caractérisée par la chute de rigidité rapide, est accompagnée par une activité acoustique liée à la création d'endommagements. La phase II, où la propagation de l'état d'endommagement ralentit, est majoritairement caractérisée par d'autres types de signaux dont certains sont considérés comme porteur d'informations sur les frottements. La rupture finale intervient durant la phase III en raison de l'accumulation du dommage.

### 5.1.2 La durée de vie en fatigue

La durée de vie en fatigue moyenne sous sollicitations cycliques à amplitude constante est habituellement affichée par des courbes (aussi appelées courbes de Wöhler) reliant l'amplitude de contrainte au nombre de cycles à la rupture (ou à l'initiation). Il en ressort que ces courbes marquent la limite entre les domaines dans lesquels le matériau est considéré comme « non rompu/rompu » et représentent, de ce fait, un outil pour comparer les performances en fatigue de différents matériaux.

La figure 5.3 présente une illustration de courbe de Wöhler, typiquement obtenue pour les composites à fibres continues sollicités en traction-traction. Le premier plateau de la courbe correspond aux faibles durées de vie. Il a été constaté que, pour ces niveaux de chargement, la rupture finale est principalement causée par les ruptures des fibres dans la direction de la sollicitation [165, 171]. De ce fait, l'amplitude de contrainte caractéristique pour ce plateau est proche de la valeur de la contrainte ultime en traction monotone quasi-statique. Cette dernière est, par ailleurs, majoritairement déterminée par la contrainte ultime des fibres.

Le plateau initial est ensuite suivi par une partie progressive où le nombre de cycles à rupture augmente clairement avec la diminution de l'amplitude de contrainte appliquée. Cette évolution est plus dépendante des propriétés de la résine car, pour ces niveaux de contrainte, l'endommagement s'initie généralement dans la matrice et ensuite se propage au cours du chargement appliqué [3, 165, 171].

La dernière partie concerne les grandes durées de vie. On distingue deux types de comportement suivant si l'on considère l'existence ou non d'une limite de fatigue. Talreja [165], qui a étudié la fatigue des stratifiés unidirectionnels, définit cette limite de fatigue comme la valeur de l'amplitude de déformation (contrainte) maximale qui n'introduit pas de fissures dans le matériau (ou éventuellement produit des fissures qui ne se propagent pas au cours des chargements). Cependant certains auteurs considèrent que le nombre de cycles tend vers l'infini uniquement quand l'amplitude de contrainte appliquée tend vers zéro [173-175]. À cet égard, il convient de préciser que pour les composites tissés, il existe peu de résultats expérimentaux dans la littérature allant au dessus de  $10^7$  cycles et qui permettraient de valider/discriminer une de ces approches.

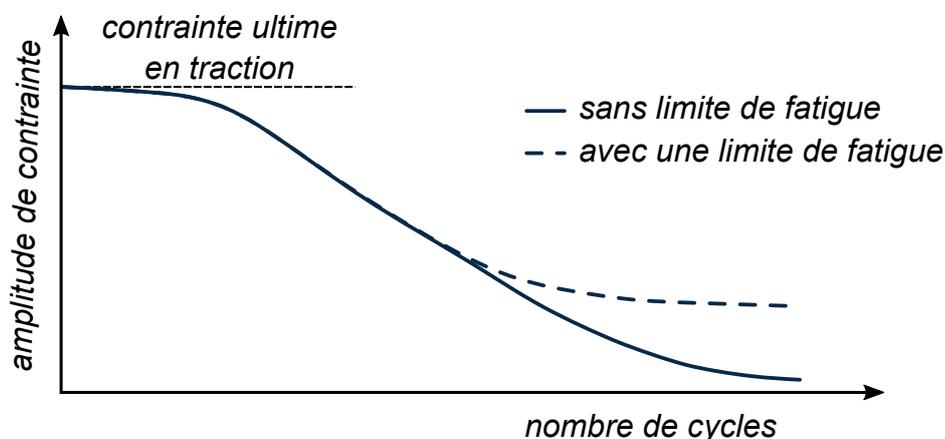


FIGURE 5.3 – Illustration de la courbe de Wöhler des composites à fibres continues.

### 5.1.3 Modèles empiriques utilisés pour le dimensionnement en fatigue

Cette section présente les modèles empiriques généralement utilisés pour le dimensionnement des structures sous sollicitations cycliques. L'objectif de tels modèles est de permettre d'estimer la durée de vie du matériau en fatigue sous chargements cycliques pour un rapport de charge  $R$  donné. Ces modèles présentent l'avantage d'être simples et les courbes de durée de vie sont exprimées de façon analytique.

Le premier modèle qui a relié l'amplitude de contrainte  $\sigma_A$  au nombre de cycles jusqu'à la rupture  $N_R$  est celui de Wöhler [176]. Celui-ci est décrit par l'équation semi-logarithmique :

$$\sigma_A = \sigma_u^t - B \cdot \log(N_R) \quad (5.1)$$

où  $\sigma_u^t$  est la contrainte ultime en traction quasi-statique et  $B$  est un paramètre du modèle. Le modèle de Basquin [177], qui prévoit une dépendance logarithmique linéaire, est formalisé par l'équation suivant :

$$(\sigma_A)^m \cdot N_R = C \quad (5.2)$$

où  $C$  et  $m$  sont les paramètres à identifier. Le modèle de type Stromeier [178] introduit une limite d'endurance  $\sigma_d$  en dessous de laquelle le matériau ne rompt pas :

$$N_R = \left( \frac{A}{\sigma_A - \sigma_d} \right)^m \quad (5.3)$$

Les autres paramètres à identifier sont  $A$  et  $m$ .

Sendeckyj a proposé une généralisation de la démarche d'identification des modèles de fatigue pour les matériaux composites [173]. Celle-ci consiste à transformer les résultats

de fatigue en contraintes ultimes en traction quasi-statique équivalentes,  $\sigma_u^t$ , pour en ensuite identifier une loi de Weibull à deux paramètres. La courbe de durée de vie proposée par Sendeckyj est en forme de « S » et n'introduit pas de limite d'endurance. Elle est exprimée par l'équation suivante :

$$\sigma_A = \frac{\sigma_u^t}{(1 + c(N_R - 1))^s} \quad (5.4)$$

où  $c$  et  $s$  sont les paramètres du modèle. Quant aux travaux qui s'adressent aux composites textiles, il est possible de citer le modèle proposé par Angrand [179], qui a étudié la fatigue des composites tissés. Elle a proposé d'ajouter une limite d'endurance au modèle de Sendeckyj. Cette version modifiée est formulée par l'équation suivante :

$$\sigma_A = \frac{\sigma_u^t - \sigma_d}{(1 + c(N_R - 1))^s} + \sigma_d \quad (5.5)$$

Pour les composites tressés, il est possible de citer le modèle proposé par Tate et Kelkar [180], qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{\sigma_A}{\sigma_u^t} = \frac{A_1 - A_2}{1 + e^{\frac{(x-x_0)}{dx}}} + A_2 \quad (5.6)$$

où  $x = \log(N_R)$  et  $A_1, A_2, x_0$  et  $dx$  sont les paramètres à identifier. La courbe de durée de vie formulée par ce modèle est en forme de « S » et le modèle intègre également une limite d'endurance.

## 5.2 Caractérisation expérimentale en fatigue

Cette section présente la caractérisation expérimentale en fatigue des éprouvettes 8 couches découpées dans le sens trame et sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ . La raison principale qui plaide en faveur de cette configuration est la bonne répétabilité des résultats expérimentaux, une caractéristique déjà discutée dans la section 3.3.3.

### 5.2.1 Caractérisation thermomécanique

#### 5.2.1.1 Évolution de la réponse mécanique au cours d'un essai de fatigue

Afin de décrire l'évolution de la réponse mécanique à l'échelle de l'éprouvette, deux grandeurs mécaniques principales sont observées : le module sécant et la déformation résiduelle. Ici, il est nécessaire de préciser que la déformation résiduelle dénotera la déformation évaluée à la fin du cycle mécanique, soit pour la contrainte minimale à  $R = 0.05$ . Ce choix a été fait pour faciliter la présentation des résultats, cependant, il ne s'agit pas alors d'une déformation résiduelle au sens strict du terme car celle-ci est évaluée à contrainte nulle.

La figure 5.4 montre l'évolution du module sécant pour deux essais de fatigue différents. Bien que les durées de vie de ces deux éprouvettes soient différentes, les évolutions

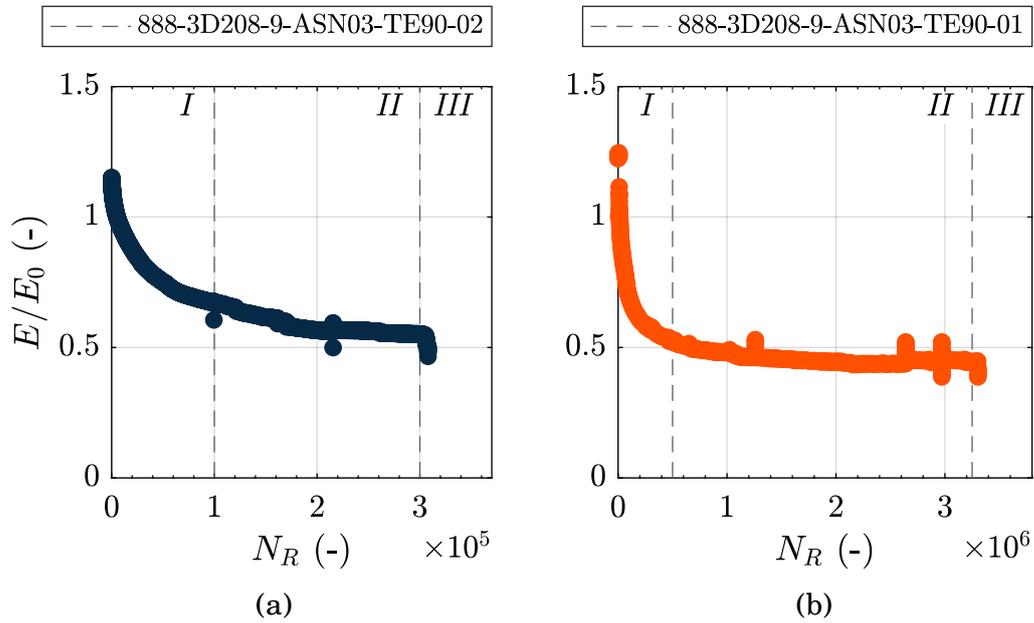


FIGURE 5.4 – Évolution du module sécant durant un essai de fatigue effectué sur l'éprouvette : (a) 888-3D208-9-ASN03-TE90-02, (b) 888-3D208-9-ASN03-TE90-01.

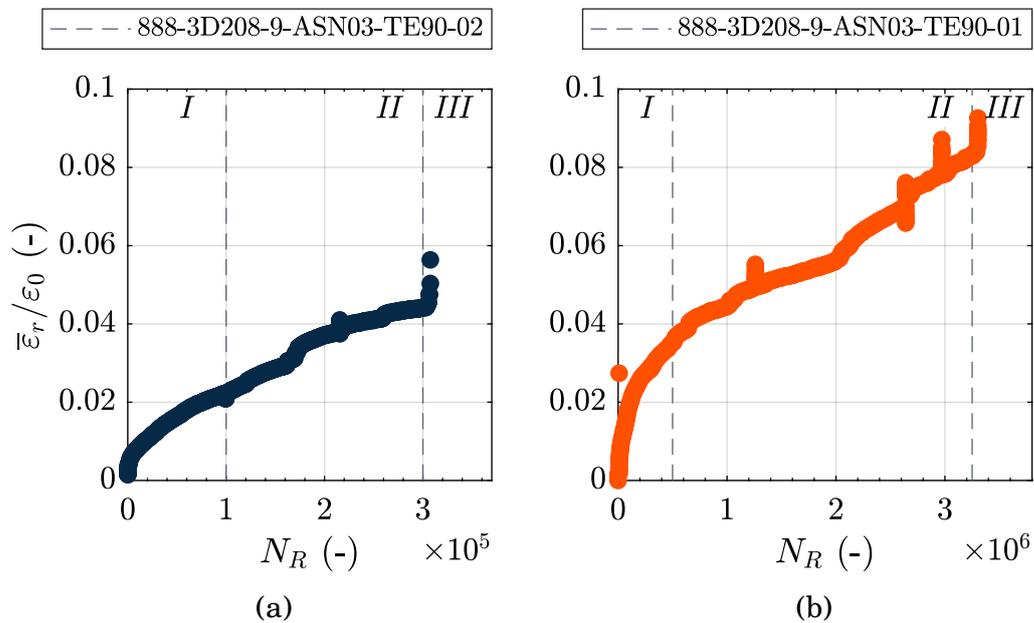


FIGURE 5.5 – Évolution de la déformation résiduelle durant un essai de fatigue effectué sur l'éprouvette : (a) 888-3D208-9-ASN03-TE90-02, (b) 888-3D208-9-ASN03-TE90-01.

des modules sécants sont qualitativement similaires et elles ressemblent à l'évolution montrée dans la revue bibliographique (cf. figure 5.1).

La figure 5.5 présente l'évolution des déformations résiduelles. Celles-ci augmentent progressivement tout au long de l'essai avec une dynamique de croissance analogue à celle de la diminution du module sécant. Henry [3] a mis en évidence que cette déformation résiduelle peut être détectée après le premier cycle de charge/décharge pour des amplitudes de contrainte relativement importantes. Par ailleurs, cette déformation résiduelle ne montre pas d'évolution significative pendant le recouvrement et peut, de ce fait, être considérée principalement comme due à l'endommagement du matériau.

Afin de compléter la description de la réponse mécanique à l'échelle de l'éprouvette, les courbes contrainte/déformation à différents instants de la durée de vie de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-07, sollicitée à une amplitude de contrainte de 4.9 MPa/MPa, ont été tracées sur la figure 5.6.

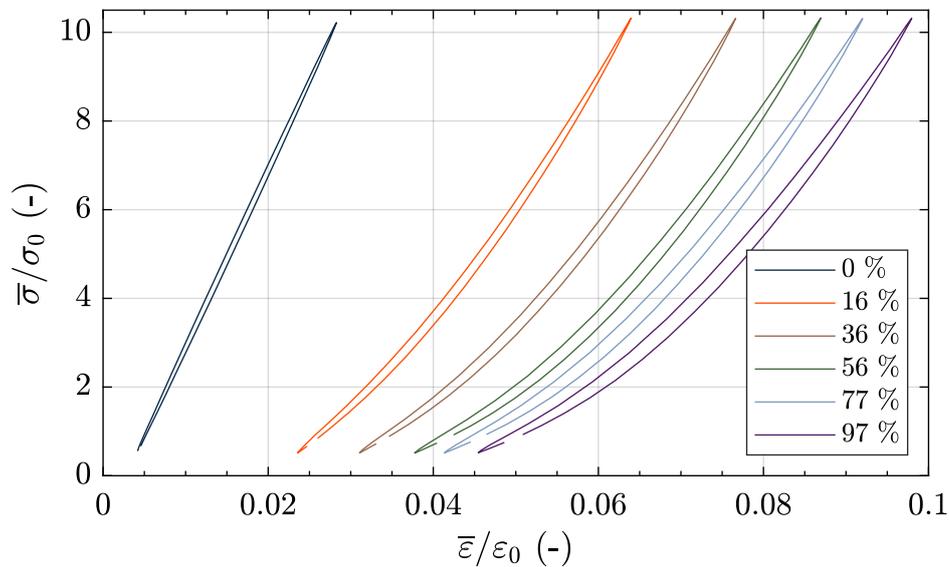


FIGURE 5.6 – Évolution des courbes contrainte/déformation obtenues à différents instants de la durée de vie durant un essai de fatigue effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE90-07.

L'hystérésis observable sur les premiers cycles démontre le caractère viscoélastique du comportement à l'échelle globale. En outre, on constate qu'en augmentant le nombre de cycles appliqués, la forme relativement rectiligne de la courbe contrainte/déformation se transforme en une forme en arc de cercle, un phénomène observé par Henry [3] sur ce type de matériau. Il explique cette transformation de forme par la création de l'espace entre les torons provenant d'un état d'endommagement avancé. Le début du cycle en arc de cercle correspond à l'alignement des torons dans la direction du chargement. En augmentant la charge, les torons entrent en contact, ce qui créera l'augmentation progressive de la rigidité macroscopique. Il convient cependant de souligner que, même

si la rigidité macroscopique augmente avec la contrainte appliquée, elle reste inférieure à la valeur évaluée au début de l'essai.

La figure 5.7 donne un aperçu de la progression de l'état d'endommagement durant la première phase de l'essai de fatigue (caractérisée par la brusque diminution de la raideur). Elle présente des micrographies de la tranche obtenues sur l'éprouvette 888-3D208-9-BSN03-TE90-01, qui a été sollicitée avec une amplitude de contrainte de 6.3 MPa/MPa. D'importantes zones de localisation des endommagements sont soulignées. Les premières fissures apparaissent dès les premiers cycles de chargement. Celles-ci se développent ensuite et dégradent progressivement les interfaces. Ce constat est également en accord avec les observations effectuées par Henry [3], qui a montré que ce sont notamment les premières ruptures de fibres, se produisant lors de la fissuration des interfaces, qui sont à l'origine de la première perte de rigidité. Henry observe, par ailleurs, qu'en poursuivant le cyclage mécanique, les fissures se multiplient et finissent par dégrader la quasi-totalité des interfaces, créant ainsi l'espace entre les torons, responsable de la transformation de la forme des courbes contrainte/déformation décrite dans le paragraphe précédent.

### 5.2.1.2 Évolution de l'énergie dissipée au cours d'un essai de fatigue

La section 3.3.3.5 a permis de montrer que la dissipation intrinsèque ne reste, en général, pas constante au cours des chargements cycliques appliqués. Afin de mettre en évidence des éventuelles évolutions de la dissipation au cours d'essais de fatigue, une évaluation continue de cette grandeur a été proposée. Cette évaluation se base sur l'équation 3.16. Afin de s'affranchir du terme de couplage thermoélastique, seule la variation moyenne de la température est considérée. Il convient de rappeler que ce type de post-traitement a été introduit dans la section 3.3.3.5 (cf. figure 3.28). En adoptant cette approche il est possible de réécrire l'équation 3.16 sous la forme suivante :

$$\dot{\theta}^{0D}(t) + \frac{\theta^{0D}(t)}{\tau_{eq}} = \frac{\mathcal{D}(t)}{\rho c_p} = \frac{f \cdot \Delta^*(t)}{\rho c_p} \quad (5.7)$$

En se basant sur cette équation, il est possible de calculer la dissipation intrinsèque  $\mathcal{D}$  (ou l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\Delta^*$ ) à partir de la variation moyenne de la température évaluée sur la région d'intérêt. Cette approche ne nécessite pas de postuler la forme de la dépendance de la dissipation au temps (ou au nombre de cycles), il suffit de connaître le temps caractéristique  $\tau_{eq}$  associée à la configuration de l'essai (cf. annexe A). Il faut cependant préciser que la démarche proposée suppose que ce temps caractéristique reste constant au cours des chargements appliqués. En outre, il est nécessaire de souligner que cette évaluation fait l'hypothèse que la température ambiante n'évolue pas au cours de l'essai. Bien que cette condition puisse être respectée pour les essais d'auto-échauffement dont les paliers de chargement ne durent que quelques dizaines de secondes, elle n'est pas nécessairement valable pour les suivis de température plus longs. La pertinence de cette méthode sera alors évaluée au travers des résultats d'un essai de fatigue interrompu dont le protocole est schématisé sur la figure 5.8.

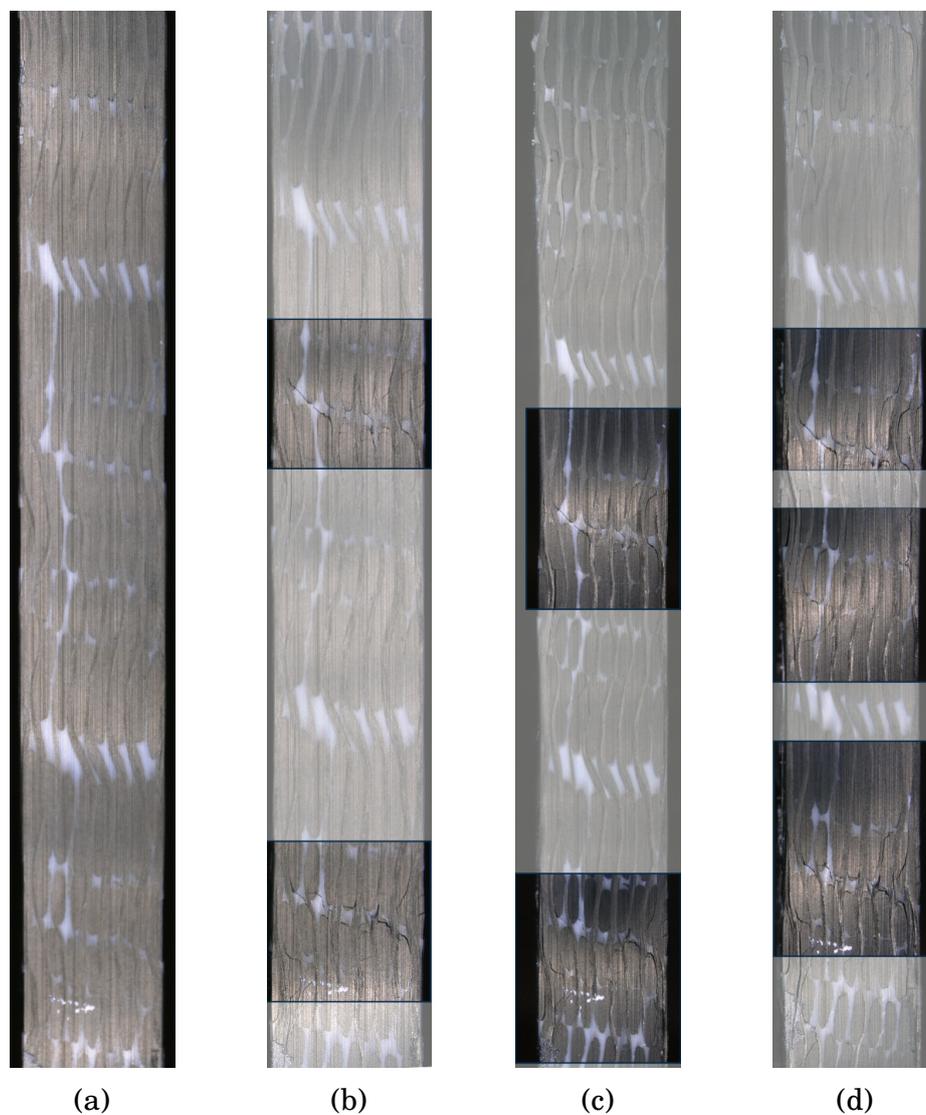


FIGURE 5.7 – Micrographie de la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-BSN03-TE90-01 sollicitée à une amplitude de contrainte de 6.3 MPa/MPa à différents instants de la durée de vie : (a) 0 %, (b) 0.1 %, (c) 1 % (d) 4 %.

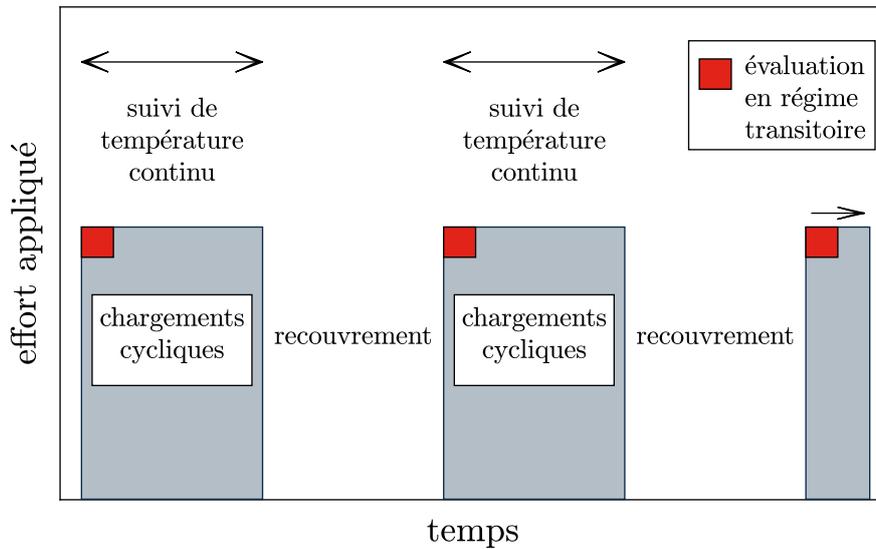


FIGURE 5.8 – Schématisation du protocole d'un essai de fatigue interrompu.

Ce type d'essai permet de comparer les résultats des analyses transitoires avec les évolutions de la dissipation continues sur des temps relativement longs. Sous conditions que toutes les hypothèses citées auparavant soient respectées, ces comparaisons permettent de confronter la méthode d'évaluation de la dissipation intrinsèque à partir des suivis de température continus. L'exemple de ce type de comparaison est présenté sur la figure 5.9. Les suivis continus donnent des évolutions qualitativement similaires aux analyses transitoires. Dans le cas de l'essai considéré, l'énergie dissipée augmente au cours des premiers chargements et ensuite diminue à partir d'environ 3000 cycles. En outre, il est possible de remarquer que les suivis continus indiquent toujours une croissance temporelle, présente au début du chargement, qui se stabilise par la suite. Enfin, il faut préciser que la fenêtre temporelle analysée correspond à environ 16% de la durée de vie de l'éprouvette et, de ce fait, ne reflète pas l'ensemble de l'essai.

En acceptant qu'il est possible de se servir des suivis de température pour déterminer les évolutions qualitatives de l'énergie dissipée au cours des chargements cycliques, ces évolutions ont ensuite été obtenues pour différentes éprouvettes sollicitées avec différentes amplitudes de contrainte. La figure 5.10 présente ces résultats qui permettent d'apprécier l'influence de l'amplitude de contrainte sur les évolutions constatées. Toutefois, il s'avère encore nécessaire de souligner que ces évolutions ne traduisent pas la totalité des essais et, de ce fait, ne portent pas d'informations sur la totalité de la durée de vie de ces derniers. D'une manière générale, il est possible de remarquer que les amplitudes de contrainte plus élevées ont tendance à accélérer l'évolution de l'énergie dissipée. Pour des amplitudes de contrainte inférieures à 3 MPa/MPa, l'énergie dissipée ne semble pas évoluer, tandis que pour des amplitudes supérieures à 3 MPa/MPa, l'énergie dissipée augmente rapidement. Quant au suivi obtenu pour l'amplitude de contrainte de 3 MPa/MPa, celui-ci montre une légère croissance.

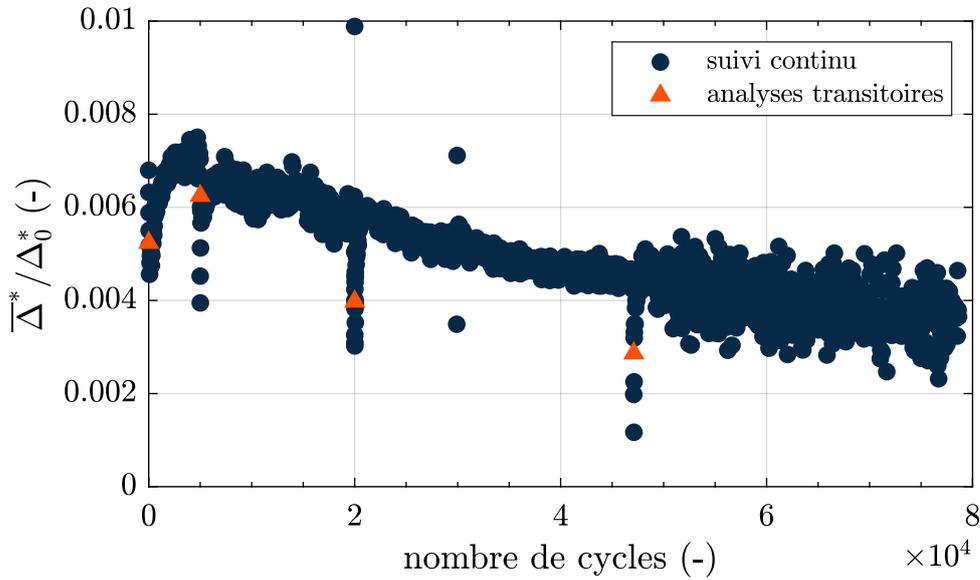


FIGURE 5.9 – Comparaison de l'énergie dissipée moyenne par cycle évaluée à partir des suivis de température continus, avec des valeurs de l'énergie dissipée moyenne par cycle obtenues par analyses du régime transitoire. Essai effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-BSN03-TE90-05 sollicitée avec une amplitude de contrainte de 5.8 MPa/MPa à une fréquence de 5 Hz.

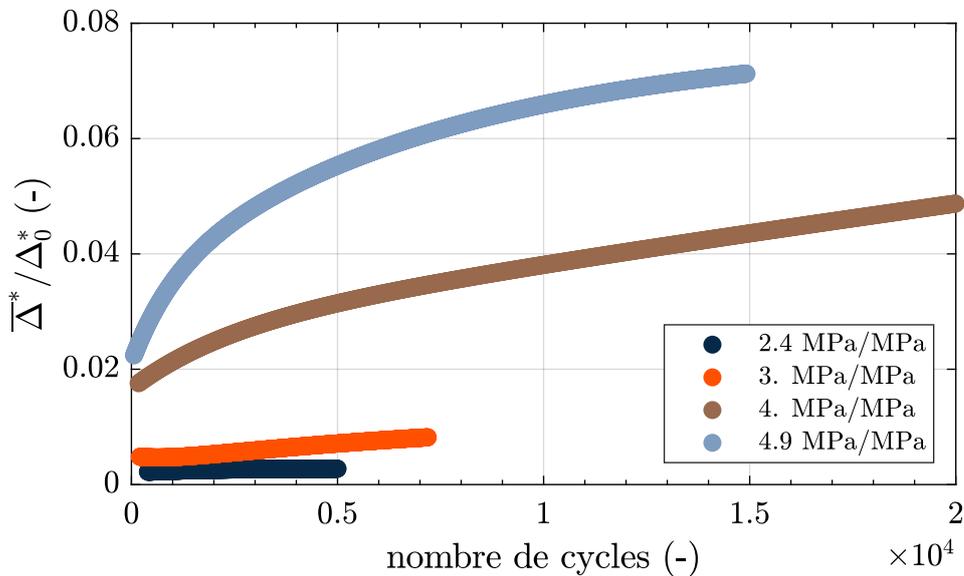


FIGURE 5.10 – Comparaison des évolutions d'énergie dissipée moyenne par cycle évaluée à partir des suivis de température continus obtenus pour différentes éprouvettes sollicitées avec différentes amplitudes de contrainte.

Enfin, Il convient de préciser que les phénomènes physiques, qui sont à l'origine des évolutions de l'énergie dissipée, peuvent être nombreux et leur identification nécessiterait de nombreuses analyses des réponses thermomécaniques au cours de la durée de vie pour différentes valeurs de l'amplitude de contrainte. En conséquence, la réalisation d'une telle description systématique serait complexe et elle se trouve hors du cadre de cette thèse.

### 5.2.2 Caractérisation de la durée de vie

Cette section présente les résultats de fatigue obtenus durant cette étude. La figure 5.11 schématise les 4 protocoles mécaniques utilisés. Les résultats expérimentaux sont, quant à eux, affichés sur la figure 5.12. Les marqueurs pleins représentent les essais de fatigue menés jusqu'à la rupture. Les marqueurs vides accompagnés d'une flèche correspondent aux essais de fatigue arrêtés avant la rupture finale.

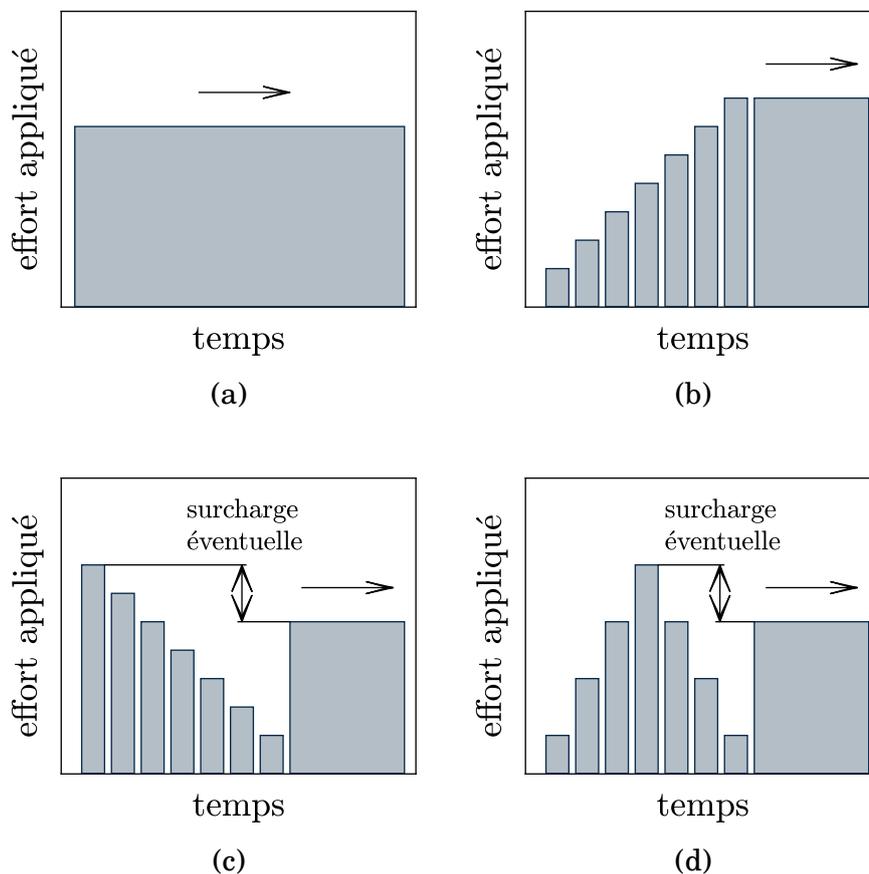


FIGURE 5.11 – Schématisation des différents protocoles mécaniques utilisés pour les essais de fatigue : (a) essai de fatigue conventionnel, (b) essai d'auto-échauffement classique, (c) essai d'auto-échauffement inversé, (d) essai d'auto-échauffement progressif.

Aux essais de fatigue conventionnels, effectués dans le cadre de cette thèse, s'ajoutent

également les résultats des essais de fatigue conventionnels réalisés au CETIM de Nantes. Il convient de préciser que certains de ces essais ont été réalisés à une fréquence de sollicitation mécanique de 15 Hz, ce qui élargit la gamme des fréquences testées à l'intervalle de (2 – 15) Hz. On constate que l'ensemble des résultats s'avère cohérent.

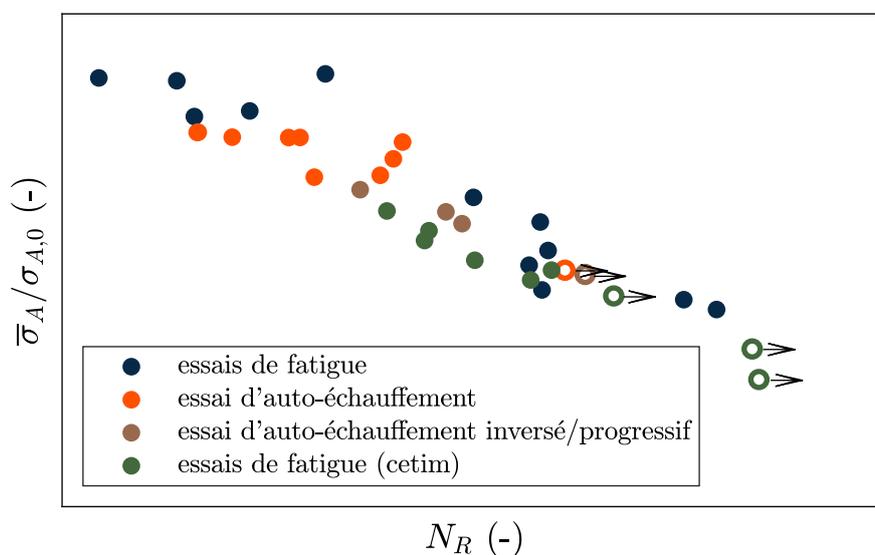


FIGURE 5.12 – Résultats de fatigue obtenus pour les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

La classe « essais d'auto-échauffement » regroupe l'ensemble des essais d'auto-échauffement dont le dernier palier a été mené jusqu'à la rupture (cf. figure 5.11b).

Le dernier type d'essai de fatigue est celui effectué sur une éprouvette qui avait été sollicitée avec le protocole d'auto-échauffement inversé/progressif. Ces résultats se montrent intéressants notamment parce que trois des quatre éprouvettes testées avec ce type de protocole ont subi une surcharge par rapport à l'amplitude de contrainte appliquée au cours de l'essai de fatigue (cf. figures 5.11c et 5.11d). Ces surcharges sont schématiquement illustrées sur la figure 5.13. Étant donné que ces résultats se superposent bien avec les résultats des essais de fatigue classiques, il est possible de constater que les surcharges appliquées n'ont pas réduit les durées de vie de manière notable.

Afin de vérifier si une corrélation existe entre la durée de vie en fatigue et l'énergie dissipée moyenne par cycle, évaluée au début de l'essai par analyse transitoire, il convient de consulter la figure 5.14. Cette dernière trace la valeur de cette énergie dissipée moyenne  $\bar{\Delta}^* / \Delta_0^*$  en fonction du nombre de cycles jusqu'à rupture  $N_R$ . On constate que le nombre de cycles à rupture augmente, d'une manière générale, quand l'énergie dissipée moyenne par cycle, évaluée au début de l'essai, diminue. Néanmoins, cette tendance globale montre une dispersion importante, notamment pour des durées de vie inférieures à  $10^4$  cycles.

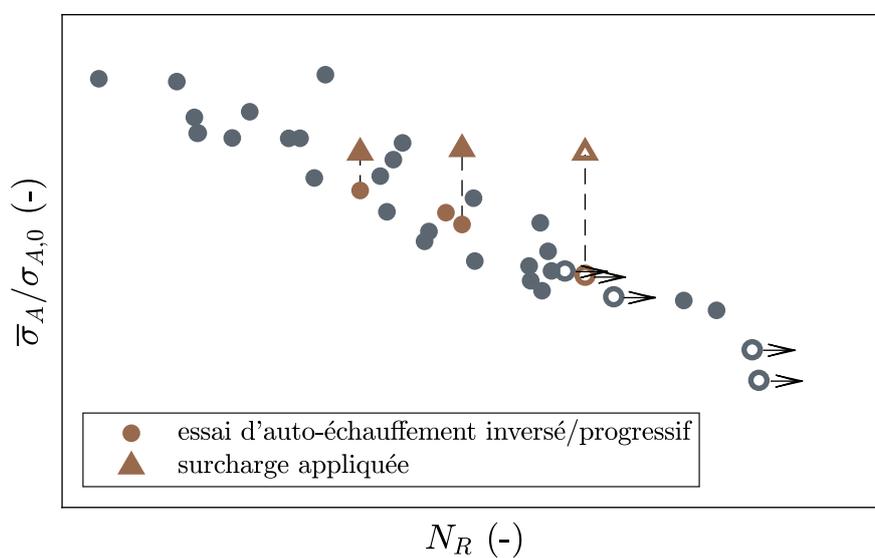


FIGURE 5.13 – Schématisation de la surcharge appliquée durant certains des essais de fatigue réalisés sur les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

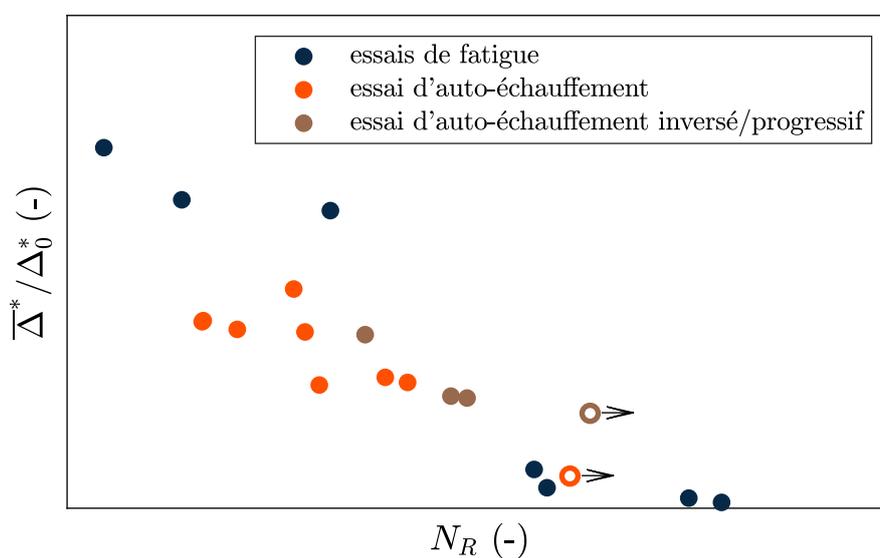


FIGURE 5.14 – Résultats de fatigue, obtenus pour les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ , tracés dans le plan  $(\bar{\Delta}^* / \Delta_0^*, N_R)$ .

## 5.2. Caractérisation expérimentale en fatigue

Quant aux essais de fatigue allant au-delà de  $10^5$  cycles, ceux-ci sont caractérisés par des valeurs de l'énergie dissipée moyenne par cycle relativement basses. Cependant, bien que ces valeurs soient faibles, elles traduisent effectivement l'activation de mécanismes dissipatifs car elles ont été identifiées à partir d'élévations de température relativement bien prononcées.

Pour raffiner la description de la relation entre le nombre de cycles à rupture et l'énergie dissipée moyenne par cycle, on propose d'exploiter les informations sur les amplitudes à  $2 \times f$ . À cette fin, la valeur moyenne de ces amplitudes à  $2 \times f$ , évaluées également au début de l'essai, est tracée en parallèle de la valeur de l'énergie dissipée moyenne par cycle sur la figure 5.15.

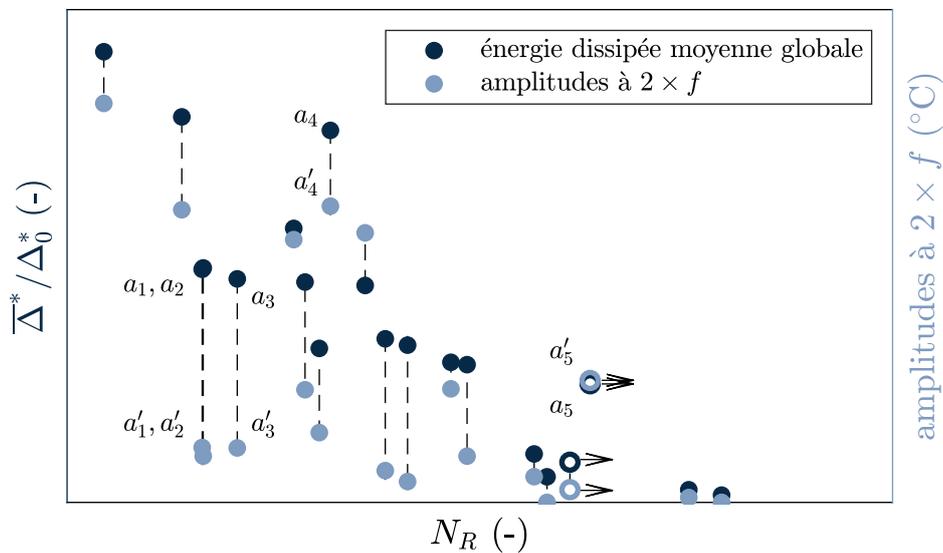


FIGURE 5.15 – Énergie dissipée moyenne par cycle tracée en parallèle avec la moyenne des amplitudes à  $2 \times f$  évaluées au début des essais de fatigue réalisés sur les éprouvettes 8C sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

Il n'y a pas de corrélation entre les amplitudes à  $2 \times f$  et le nombre de cycles à rupture. En effet, l'analyse de ce graphique s'avère complexe. À ce stade, il convient de rappeler que la valeur moyenne de l'énergie dissipée représente la somme de différentes contributions (cf. section 3.5) et que les amplitudes à  $2 \times f$  indiquent l'intensité d'une de ces contributions (cette problématique est discutée plus en détail dans la section 5.2.3.2). De ce fait, il faut considérer la valeur moyenne des amplitudes à  $2 \times f$  comme étant la mesure de l'une des composantes de la valeur de l'énergie dissipée moyenne par cycle globale. Dans ce contexte, on ne s'intéresse pas tellement aux valeurs moyennes absolues des amplitudes à  $2 \times f$  mais plutôt au rapport entre la valeur moyenne des amplitudes à  $2 \times f$  et l'énergie dissipée moyenne par cycle globale obtenue pour le même essai. En outre, en constatant que la composante, caractérisée par les amplitudes à  $2 \times f$ , n'a pas de corrélation directe avec la durée de vie, il est possible de formuler l'hypothèse que le mécanisme dissipatif associé à cette composante ne pilote pas la durée de vie en fatigue.

En se concentrant sur les durées de vie supérieures à  $10^5$  cycles, il est possible de remarquer que l'essai  $a_5$  montre une énergie dissipée particulièrement élevée par rapport aux autres essais d'une durée de vie comparable. Cependant, il présente également un rapport entre les amplitudes à  $2 \times f$  et l'énergie dissipée moyenne nettement plus important. Il en ressort que la contribution du mécanisme dissipatif lié aux amplitudes à  $2 \times f$  doit être, dans ce cas, également plus importante. À cet égard, il semble raisonnable d'assumer qu'une soustraction de la contribution du mécanisme associé aux amplitudes à  $2 \times f$  de l'énergie dissipée globale « rapprocherait » le point  $a_5$  des autres résultats expérimentaux, diminuant ainsi la dispersion expérimentale constatée dans cette gamme de durées de vie.

Un raisonnement analogue peut être effectué dans le cas des durées de vie limitées. Les valeurs expérimentales de l'énergie dissipée moyenne par cycle dégagent une tendance globalement décroissante. Cependant, la dispersion expérimentale est, dans cette gamme, relativement élevée. Afin de mieux comprendre cette dispersion, l'attention sera portée sur les points  $a_1, a_2, a_3, a_4$ . L'essai  $a_4$  présente, similairement à l'essai  $a_5$  analysé dans le paragraphe précédent, une énergie dissipée ainsi que le rapport entre les amplitudes à  $2 \times f$  et cette énergie dissipée relativement élevés. Les essais  $a_1, a_2, a_3$  montrent, quant-à-eux, des énergies dissipées relativement faibles par rapport à leurs durées de vie. Néanmoins, ceux-ci montrent également des contributions du mécanisme associé aux amplitudes à  $2 \times f$  relativement faibles. De ce fait, il est possible de s'attendre à ce que la valeur de l'énergie dissipée globale, ajustée de cette contribution, reste relativement importante, expliquant ainsi les durées de vie modestes associées.

Les paragraphes précédents cherchent à faire le premier pas vers la dissociation des différentes contributions en faisant une analyse qualitative de l'influence de la composante liée aux amplitudes à  $2 \times f$ . Cependant, afin de valider l'hypothèse formulée, il serait nécessaire de quantifier la contribution liée aux amplitudes à  $2 \times f$  pour pouvoir corriger la valeur de l'énergie dissipée globale en soustrayant cette composante. Cela permettrait ensuite de vérifier si les valeurs de l'énergie dissipée globale ajustées ont permis de réduire la dispersion observée sur les résultats expérimentaux.

## 5.2.3 Bilan et discussions

### 5.2.3.1 Réponse thermomécanique à l'échelle de l'éprouvette

Les évolutions des grandeurs mécaniques obtenues au cours des essais de fatigue ont confirmé que la réponse mécanique du matériau à l'échelle de l'éprouvette est qualitativement similaire à celle constatée dans la revue bibliographique. Les évolutions du module sécant confirment qu'il est possible de distinguer trois phases, se succédant au cours d'un essai de fatigue. Le développement rapide des premiers endommagements provoque une brusque chute de la raideur, qui est caractéristique pour la phase I. Bien que la phase II soit caractérisée par une progression de l'état d'endommagement moins rapide, les fissures continuent à se propager. Les espaces entre les torons ainsi créés provoquent une modification de la forme des courbes contrainte/déformation macroscopiques. La phase III, qui précède la rupture finale de l'éprouvette, est caractérisée par une dernière accélération de la perte de rigidité.

Les essais de fatigue interrompus ont confirmé que la dissipation ne reste pas constante au cours des essais de fatigue. Les suivis indiquent que l'évolution de la dissipation est plus prononcée quand on augmente l'amplitude de contrainte appliquée. Étant donnée que l'énergie dissipée moyenne par cycle est le résultat de plusieurs mécanismes dissipatifs (viscoélasticité, plasticité, création des endommagements, concentrations de contrainte, frottements), il est difficile d'établir un scénario général permettant de décrire l'évolution de cette énergie dissipée au cours d'un essai de fatigue car cela nécessiterait de décrire l'évolution de la contribution de chaque mécanisme. Bien qu'une telle description nécessite une étude approfondie, il est déjà possible d'identifier les mécanismes dissipatifs dont les contributions sont susceptibles d'évoluer en se basant sur les résultats de caractérisation de l'état d'endommagement. Mis à part la création des endommagements eux mêmes, il s'agit notamment des concentrations de contrainte induites et des frottements, qui risquent d'être multipliés quand l'état d'endommagement progresse. En ce qui concerne la contribution des frottements celle-ci pourrait également diminuer quand les espaces entre les torons créés deviennent trop importants. Cela pourrait expliquer la chute de l'énergie dissipée observée sur la figure 5.9. Enfin, il convient de souligner que l'énergie dissipée ne semble pas évoluer pour les amplitudes de contrainte inférieures à 3 MPa/MPa. Étant donné que le principal mécanisme dissipatif constaté au dessous de ce seuil est la viscoélasticité, ce résultat indiquerait que cette constatation reste valable au cours des chargements appliqués. Néanmoins, il serait nécessaire de réaliser un suivi plus long pour pouvoir le confirmer.

### 5.2.3.2 Caractérisation de la durée de vie

Les résultats de fatigue obtenus pour les différents types d'essais ont montré une bonne répétabilité dans la gamme des fréquences mécaniques allant de 2 Hz jusqu'à 15 Hz. Les amplitudes de contrainte tracées en fonction du nombre de cycles à rupture dévoilent une tendance décroissante dans l'intervalle de  $10^2$  jusqu'à  $10^7$  cycles, ce qui représente un comportement classique pour cette famille de matériau. Quant à l'existence d'une limite de fatigue discutée dans la revue bibliographique, les résultats expérimentaux ne permettent pas de donner une réponse définitive. Celle-ci nécessiterait des essais de fatigue supplémentaires allant au-dessus de  $10^8$  cycles. Enfin, il a pu être constaté que les essais de fatigue après surcharge ne présentent pas une durée de vie réduite.

La représentation reliant le nombre de cycles à rupture à l'énergie dissipée moyenne par cycle, qui est souvent associée à la démarche de caractérisation rapide (section 5.3), a révélé une dispersion importante, prononcée notamment pour des durées de vie relativement courtes (inférieures à  $10^4$  cycles). La compréhension de ce phénomène nécessiterait une séparation des différentes contributions (et leur étude séparée). En effet, comme la valeur de l'énergie dissipée globale correspond à la somme des énergies dissipées par plusieurs mécanismes, il n'est pas possible de relier cette valeur de l'énergie dissipée globale directement au nombre de cycles jusqu'à rupture. Cette démarche est possible seulement si le matériau ne comporte qu'un seul mécanisme dissipatif et si c'est également ce mécanisme dissipatif qui est responsable de la ruine du matériau en fatigue. Cela ne concerne, bien évidemment, pas le matériau d'étude. Il en ressort qu'une analyse rigoureuse nécessiterait :

- une quantification de la contribution associée à chaque mécanisme dissipatif;
- une identification des mécanismes dissipatifs responsables de la ruine du matériau;
- l'établissement d'une relation entre l'énergie dissipée par ces mécanismes et la durée de vie.

La mise en place d'une telle démarche reste, au niveau des connaissances actuelles, trop complexe pour la famille de matériaux étudiée. Cependant, les analyses des valeurs moyennes des amplitudes à  $2 \times f$  peuvent être vues comme une première tentative allant dans cette direction. Le chapitre 3 a, au travers de différentes méthodes indirectes, démontré que les amplitudes à  $2 \times f$  sont porteuses d'informations sur les frottements, qui se produisent au cours des chargements cycliques. En prenant en compte cette conclusion et les analyses de la durée de vie (qui n'ont pas montré de lien entre la composante d'amplitudes à  $2 \times f$  et la durée de vie en fatigue), il est possible de proposer une généralisation. Cette hypothèse généralisée suppose que les frottements représentent un mécanisme dissipatif qui ne pilote pas, au premier ordre, la durée de vie en fatigue. Il convient de souligner que la formulation de cette hypothèse s'appuie, pour l'instant, uniquement sur des analyses qualitatives car la quantification de l'énergie dissipée par frottements reste difficile d'accès. De même, il serait nécessaire de vérifier si une évaluation moyenne des amplitudes à  $2 \times f$  est pertinente étant donné la forte hétérogénéité des champs. À cet égard, une quantification locale de cette grandeur pourrait être nécessaire pour pouvoir proposer une démarche d'analyse de la durée de vie générale.

### 5.3 Protocole de caractérisation rapide classique

Cette section cherche à vérifier la pertinence de la démarche de caractérisation en fatigue rapide, qui est classiquement réalisée pour les approches par auto-échauffement [74, 76-78, 181, 182]. Il convient de préciser que cette démarche a déjà été utilisée pour ce type de matériau par Roué [104, 105] durant une étude préliminaire. Les résultats de cette dernière ont permis de constater que le dépouillement empirique semblait applicable aussi aux composites tissés. Cependant, il faut rappeler que l'architecture du matériau utilisé par Roué est différente de celui examiné dans cette étude et que celui-ci possède des spécificités liées notamment à la taille du motif de tissage vis-à-vis des dimensions de la zone utile des éprouvettes. De ce fait, les conclusions formulées par Roué ne sont pas directement transposables au matériau d'étude.

#### 5.3.1 Critère énergétique

##### 5.3.1.1 Présentation du critère

Comme mentionné précédemment, la démarche classique se base sur des analyses de la courbe d'auto-échauffement qui permettent d'identifier un critère énergétique qui associe le nombre de cycles à rupture  $N_R$  à l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\Delta^*$ . Le critère énergétique le plus couramment utilisé [76-78, 181] est un critère à 2 paramètres de type Basquin :

$$\Delta^* \cdot N_R^b = C \quad (5.8)$$

$C$  et  $b$  sont les paramètres à identifier.

Afin de pouvoir identifier les paramètres du modèle, il est nécessaire de connaître deux couples  $(\Delta^*, N_R)$ . Le premier couple est, en général, obtenu pour le dernier palier d'un essai d'auto-échauffement, qui a été mené jusqu'à rupture. L'association de la valeur de l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\Delta_R^*$ , évaluée expérimentalement au début de ce palier, au nombre de cycles à rupture  $N_R$  fournit ainsi le premier couple  $(\Delta_R^*, N_R)$ .

Les démarches d'identification du deuxième couple reposent généralement sur l'existence de différents régimes dont la définition se base sur le changement marqué de la pente que l'on détecte sur la courbe d'auto-échauffement. Dans ce cas, on postule l'existence de deux [93, 183] ou éventuellement de trois régimes [32, 33, 75] et l'intersection des droites approximant chaque régime est ensuite assimilée à une valeur de nombre de cycles à rupture empirique (par exemple la transition entre le premier et deuxième régime est souvent associée à  $10^6$  cycles). Avant d'appliquer cette démarche au matériau d'étude, il convient de rappeler que celle-ci repose sur deux hypothèses principales :

- le comportement cyclique du matériau comprend un seuil d'activation d'un mécanisme dissipatif pilotant la fatigue et ce seuil peut être associée à une durée de vie ;
- le seuil d'activation est détectable à partir de la réponse thermomécanique du matériau, et plus précisément à partir de la courbe d'auto-échauffement.

Enfin, il est nécessaire de souligner que cette démarche de caractérisation rapide fait l'hypothèse que la dissipation n'évolue pas de manière importante au cours du chargement. Comme présenté précédemment, cette hypothèse ne serait pas valable pour le matériau d'étude. Il en ressort alors qu'il serait nécessaire de décrire cette évolution de la dissipation pour pouvoir ensuite l'implémenter dans la démarche de caractérisation et de modélisation au cas où les prédictions obtenues avec le protocole classique s'avèrent prometteuses.

#### 5.3.1.2 Identification du critère

Après avoir analysé les courbes d'auto-échauffement (présentées dans la section 3.3), on postule l'existence de deux régimes. L'identification du deuxième couple se fait alors à partir de l'intersection des droites décrivant ces deux régimes. Afin de ne pas utiliser un dépouillement graphique, la démarche d'identification décrite dans [29], qui se base sur le calcul de l'erreur d'approximation, est adoptée. Le point d'intersection est associé à une valeur empirique de  $10^6$  cycles  $(\Delta_{10^6}^*, N_{R,10^6})$ .

La section 3.3 conclut que les courbes d'auto-échauffement obtenues pour la configuration étudiée s'avèrent répétables. Néanmoins, la partie 5.2.3.2, consacrée à la caractérisation de durée de vie, montre que la représentation graphique reliant le nombre de cycles à rupture à l'énergie dissipée moyenne par cycle présente une dispersion importante, en particulier pour les durées de vie limitées. Afin de décrire l'influence de cette variabilité, on a fait le choix de proposer l'identification du critère pour des courbes d'auto-échauffement obtenues pour deux éprouvettes présentant des durées de vie différentes tout en exprimant une énergie dissipée comparable. Cette identification est schématiquement illustrée sur la figure 5.16.

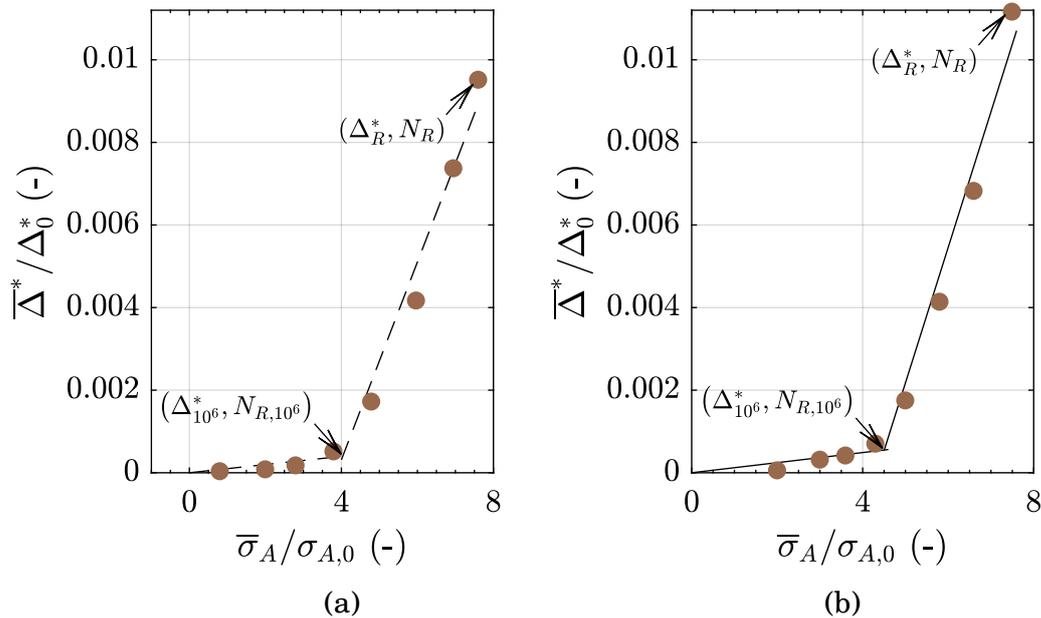


FIGURE 5.16 – Identification des couples  $(\Delta^*, N_R)$  utilisés pour l'identification des paramètres du critère énergétique. Courbe d'auto-échauffement obtenue pour l'éprouvette : (a) 888-3D208-9-ASN03-TE90-04 (critère 1), (b) 888-3D208-9-ASN05-TE90-01 (critère 2).

### 5.3.2 Confrontation aux résultats expérimentaux

La figure 5.17 confronte la prédiction du critère énergétique identifié à partir de ces deux essais d'auto-échauffement avec les résultats expérimentaux. Les prédictions obtenues avec le critère 2 se montrent fortement conservatives. Le critère 1 semble, quant à lui, mieux estimer la durée de vie moyenne pour les essais de fatigue d'une durée autour de  $10^4$  cycles. En outre, aucun de ces deux critères ne semble bien décrire la tendance observée entre  $10^4$  et  $10^6$  cycles. En ce qui concerne les durées de vie supérieures à  $10^6$  cycles, les prédictions se montrent conservatives pour les deux jeux de paramètres identifiés.

Il convient de préciser que le critère identifié permet également de tracer les prédictions dans une représentation amplitude de contrainte/nombre de cycle à rupture. Pour cela il est nécessaire d'identifier une fonction qui relie l'amplitude de contrainte et l'énergie dissipée [32]. Cette identification peut être effectuée de manière analytique en s'appuyant sur les courbes d'auto-échauffement utilisées pour l'identification des paramètres du critère énergétique. La figure 5.18 montre les prédictions des critères identifiés dans cette représentation.

Les prédictions semblent, dans cette représentation, mieux décrire la tendance dégagée par les résultats expérimentaux. Le critère 1 semble toujours approximer plutôt la durée de vie moyenne, le critère 2 reste encore très conservatif.

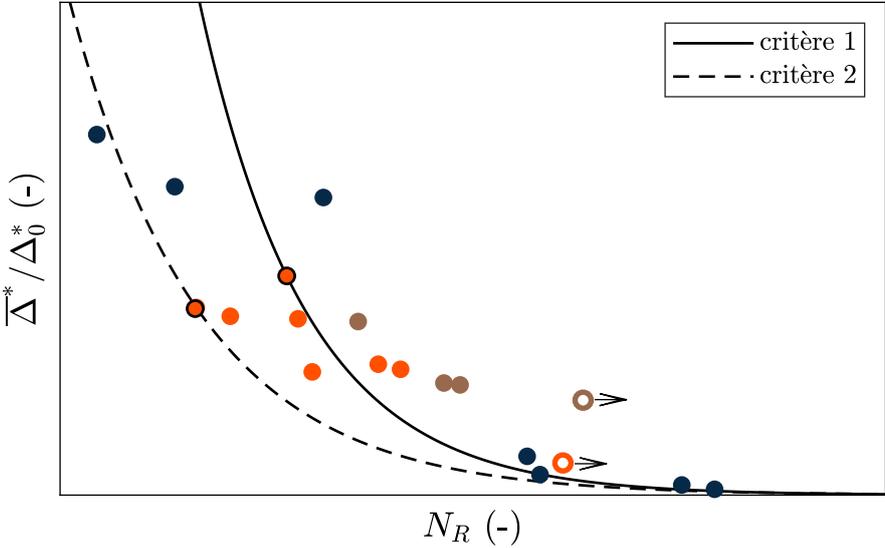


FIGURE 5.17 – Comparaison entre les prédictions du critère énergétique et les données expérimentales obtenues pour les éprouvettes 8C sens trame sollicitées avec le rapport de charge  $R = 0.05$ .

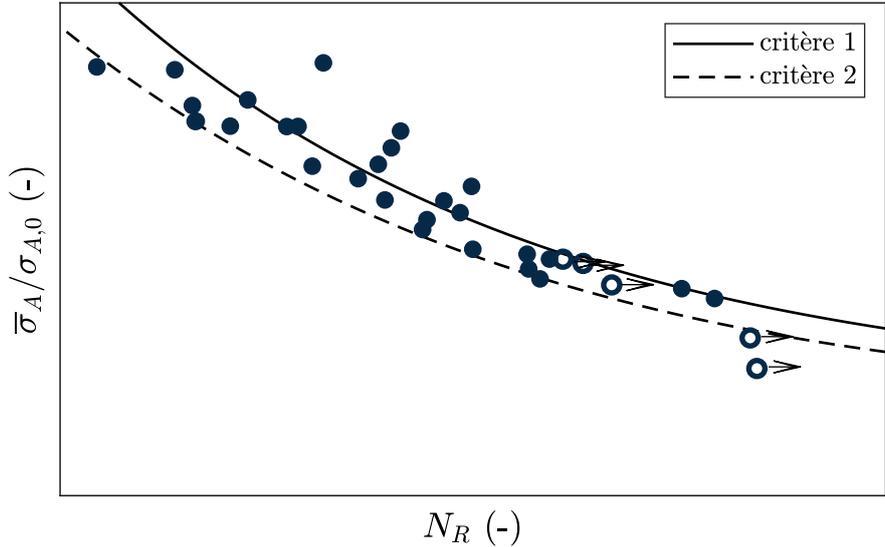


FIGURE 5.18 – Comparaison entre les prédictions du critère énergétique et les données expérimentales, obtenues pour les éprouvettes 8C sens trame sollicitées avec le rapport de charge  $R = 0.05$ , tracées en amplitude de contrainte.

### 5.3.3 Bilan et discussions

Il est possible de constater que l'association de la valeur de rupture de pente à  $10^6$  cycles corrèle bien avec les données expérimentales. Cependant, les prédictions obtenues par le critère énergétique pour les durées de vie limitées et tracées en énergie dissipée moyenne ne sont pas satisfaisantes. En effet, en raison de la dispersion expérimentale importante, celles-ci se montrent très dépendant du choix de l'éprouvette utilisée pour l'identification des paramètres du critère. Cette observation n'est pas surprenante puisque la valeur de l'énergie dissipée moyenne traduit l'activation de plusieurs mécanismes dissipatifs. Il est alors raisonnable de penser que tous ces mécanismes ne pilotent pas la durée de vie en fatigue (ou éventuellement ne pilotent pas la durée de vie en fatigue de la même manière). De ce fait, les analyses, qui ne considèrent que la valeur de l'énergie dissipée totale, ne sont pas assez fines pour l'élaboration d'un critère de fatigue pertinent.

En ce qui concerne les prédictions tracées en amplitudes de contrainte, celles-ci semblent mieux approximer la tendance globale. Toutefois, les deux jeux de paramètres identifiés résultent dans un décalage notable entre les courbes d'endurances respectives. Cet aspect se montre potentiellement problématique pour la démarche de caractérisation rapide car en fonction du choix de l'éprouvette le critère donnera des prédictions plus ou moins conservatives.

### 5.3.4 Perspectives

Maintenant que les inconvénients liés à l'approche de caractérisation rapide classique ont été mis en évidence, il est possible de définir les voies permettant de l'améliorer. Si on ne souhaite pas modifier la démarche existante, il serait possible d'effectuer l'identification du critère énergétique sur plusieurs éprouvettes et ensuite soit utiliser la prédiction moyenne, soit se baser sur la prédiction la plus conservative. Cette approche pragmatique permettrait de pallier certains problèmes liés à la dispersion expérimentale tout en restant relativement rapide et bien plus rapide qu'une approche classique par génération d'une courbe de Wöhler.

Néanmoins, l'approche pragmatique proposée ci-dessus n'adresserait pas la problématique principale qui concerne l'identification des mécanismes dissipatifs pilotant la fatigue. La première voie, identifiée dans cette étude, concerne la soustraction de la contribution des frottements de l'énergie dissipée moyenne globale car les analyses qualitatives indiquent que ce mécanisme n'a pas d'influence notable sur la durée de vie en fatigue. En outre, celui-ci s'exprime fortement pour des amplitudes de contrainte relativement élevées et pourrait être responsable d'une grande partie de la dispersion expérimentale. Cependant, l'évaluation quantitative de l'énergie dissipée par frottements ne peut pas être réalisée par les techniques expérimentales mises en place jusqu'à présent. En effet, ces dernières ne permettent pas d'évaluer l'énergie dissipée par frottement, elles permettent seulement d'identifier les endroits manifestant des frottements importants.

La quantification de l'énergie dissipée par frottement nécessiterait la mise en place des simulations numériques complexes qui accompagneraient les analyses des champs

de température expérimentaux. En modélisant la géométrie fissurée, ces simulations pourraient chercher à quantifier l'énergie dissipée globale en utilisant des lois de comportement viscoélastiques et plastiques. La différence entre les prédictions de ce modèle et les valeurs obtenues expérimentalement renseignerait ensuite sur la contribution des frottements. Une autre stratégie de modélisation pourrait s'appuyer sur des simulations thermiques. Celle-ci permettrait également de quantifier l'énergie dissipée par frottement en utilisant les données expérimentales. Néanmoins, la mise en place de ces simulations nécessiterait les valeurs des propriétés thermiques à l'échelle locale dont l'identification reste complexe.

## 5.4 Identification d'un critère « ingénieur » à partir d'une approche mixte

Cette section propose une approche mixte qui se sert des résultats obtenus en traction quasi-statique (et éventuellement des essais de fatigue à faible nombre de cycles), alimentés par les résultats de caractérisation thermomécanique, pour identifier un critère « ingénieur » utilisable industriellement pour le dimensionnement en fatigue. L'objectif de cette approche est d'alimenter l'identification d'un des critères « ingénieur », classiquement utilisés, en se basant sur les progrès effectués dans la compréhension de la réponse thermomécanique du matériau, et en gardant un processus de caractérisation relativement rapide.

### 5.4.1 Choix du critère et stratégie d'identification des paramètres

La section 5.1.3 a fait le bilan des modèles empiriques utilisés pour le dimensionnement en fatigue des composites à fibres continues. Pour l'approche proposée ici, le choix porte sur le critère de Sendekyj, qui a déjà été utilisé dans le cas des composites tissés 3D et présente l'avantage de pouvoir être formulé avec [179] ou sans limite d'endurance [173]. On précise que pour l'approche proposée ici, on garde uniquement la formulation déterministe sans identifier la loi de Weibull, utilisée par Sendekyj [173]. Comme il a été constaté dans la section 5.2.3.2, les résultats expérimentaux analysés dans ces travaux ne permettent pas de confirmer/discriminer l'existence de la limite d'endurance pour le matériau d'étude. De ce fait, il a été décidé de garder les deux formulations avec la perspective de la réalisation d'essais de fatigue à grand nombre de cycles ( $> 10^7$  cycles), qui donneraient des résultats favorisant éventuellement une des approches.

#### 5.4.1.1 Identification des paramètres du critère de type Sendekyj

Il convient de rappeler que le critère de Sendekyj original :

$$\sigma_A = \frac{\sigma_u^t}{(1 + c(N_R - 1))^s}$$

ne comporte pas de limite d'endurance mais nécessite l'identification de la contrainte ultime en traction quasi-statique  $\sigma_u$  et de deux paramètres  $c$  et  $s$ . Étant donné que les

essais de traction à rupture sont relativement rapides et simples à mettre en œuvre, on propose de commencer par identifier la valeur de la contrainte ultime en traction à partir des résultats de ces essais. Par la suite, on propose une démarche empirique :

- l'amplitude de contrainte correspondant au seuil d'apparition des premiers endommagements est assimilée à la valeur de  $10^8$  cycles ;
- l'amplitude de contrainte associée à la rupture de pente perceptible sur la courbe d'auto-échauffement est assimilée à la valeur de  $10^6$  cycles, comme définit durant la démarche de caractérisation rapide classique.

En connaissant ces deux couples  $(\sigma_{A,10^6}, N_{R,10^6})$  et  $(\sigma_{A,10^8}, N_{R,10^8})$ , il est possible d'identifier les paramètres  $c$  et  $s$  du modèle. La courbe d'endurance reconstruite avec cette démarche pour la configuration sens trame 8C est illustrée sur la figure 5.19. Les résultats tracés à  $10^0$  cycles correspondent aux résultats des essais de traction quasi-statiques utilisés pour l'identification de la valeur de la contrainte ultime en traction  $\sigma_u$ .

#### 5.4.1.2 Identification des paramètres du critère de type Sendeckyj modifié

Comme constaté précédemment, la modification proposée par Angrand [179] ajoute au critère de Sendeckyj, une limite d'endurance  $\sigma_d$  :

$$\sigma_A = \frac{\sigma_u^t - \sigma_d}{(1 + c(N_R - 1))^s} + \sigma_d$$

Cela augmente donc le nombre de paramètres à identifier et nécessite une modification de la stratégie proposée dans la section précédente :

- l'amplitude de contrainte correspondant au seuil d'apparition des premiers endommagements est associée à la limite d'endurance ;
- l'amplitude de contrainte associée à la rupture de pente perceptible sur la courbe d'auto-échauffement est toujours assimilée à la valeur de  $10^6$  cycles ;
- le dernier couple  $(\sigma_A, N_R)$  nécessaire pour identifier tous les paramètres du modèle est obtenue à partir des résultats des essais de fatigue conventionnels de courte durée ( $< 10^4$  cycles).

La courbe d'endurance, obtenue avec cette démarche modifiée, est également tracée sur la figure 5.19. Il convient de préciser que les résultats de fatigue, affichés dans ce graphique, ont été utilisés pour établir le troisième couple  $(\sigma_A, N_R)$  nécessaire pour l'identification des paramètres du critère. L'amplitude de contrainte  $\sigma_A$  de ce troisième couple est alors égale à la moyenne des amplitudes de contrainte des essais concernés. Le logarithme de la durée de vie de ce couple  $\log_{10}(N_R)$  est, quant-à-lui, égal à la moyenne des logarithmes des durées de vie obtenues pour ces essais.

En comparant les courbes d'endurance obtenues, il est possible de constater que les prédictions diffèrent, dans un premier temps, pour les nombres de cycles inférieurs à  $10^4$  cycles. Ensuite, dans l'intervalle entre  $10^4$  et  $10^6$  cycles, les courbes d'endurance manifestent des évolutions similaires. Enfin à partir de la valeur de  $10^6$  cycles elles commencent à diverger.

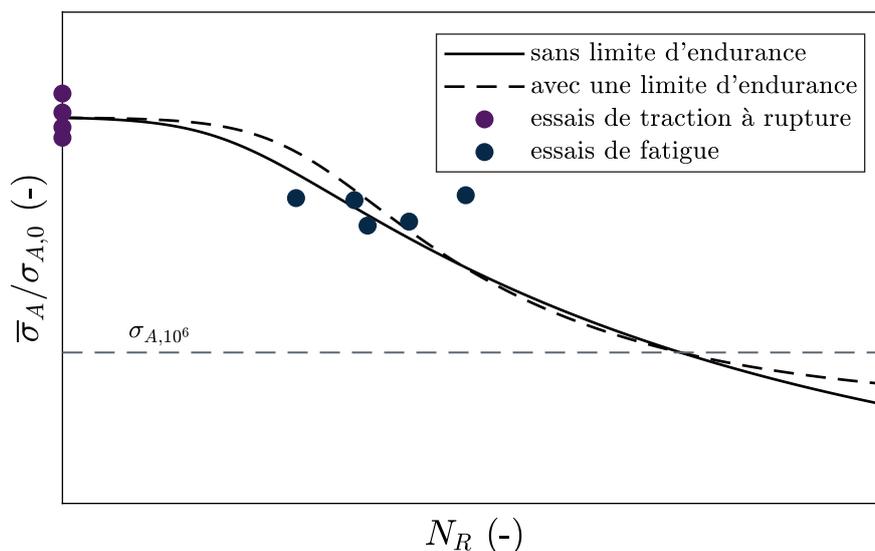


FIGURE 5.19 – Résultats de l'identification des critères de type Sendeckyj et Sendeckyj modifié avec l'approche mixte pour les éprouvettes 8C sens trame sollicitées avec le rapport de charge  $R = 0.05$ .

### 5.4.2 Confrontation aux résultats expérimentaux

Cette section vise à confronter les prédictions obtenues à partir des critères de type Sendeckyj avec les résultats expérimentaux. Cette comparaison est illustrée sur la figure 5.20. Comme constaté dans la section précédente, les critères donnent des prédictions comparables jusqu'à  $10^6$  cycles et, en effet, celles-ci semblent bien approximer la durée de vie moyenne vis-à-vis des résultats expérimentaux. De ce fait, ces deux critères pourraient, pour cette gamme de durée de vie ( $< 10^6$  cycles), être considérés comme équivalents. La différence entre les deux prédictions commence à s'exprimer pour les durées de vie supérieures à ce seuil de  $10^6$  cycles. Cependant en raison d'un manque de données expérimentales dans ce domaine, il n'est pas possible de déterminer lequel de ces deux critères est plus adapté.

### 5.4.3 Bilan et discussions

Cette section a proposé une méthode de caractérisation rapide en fatigue alternative, qui cherche à identifier les paramètres du critère de type Sendeckyj en s'appuyant sur les résultats de la caractérisation thermomécanique. Il convient de rappeler que ce critère est classiquement utilisé pour le dimensionnement en fatigue des composites à fibres longues, dont des composites tissés. Bien que la démarche d'identification des paramètres reste empirique (comme dans le cas du protocole de caractérisation rapide classique), elle cherche à s'appuyer sur la compréhension des phénomènes physiques qui se produisent sous chargements cycliques. À cet égard, deux valeurs de l'amplitude de contrainte résultant des analyses de la réponse thermomécanique, ont été utilisées : l'amplitude

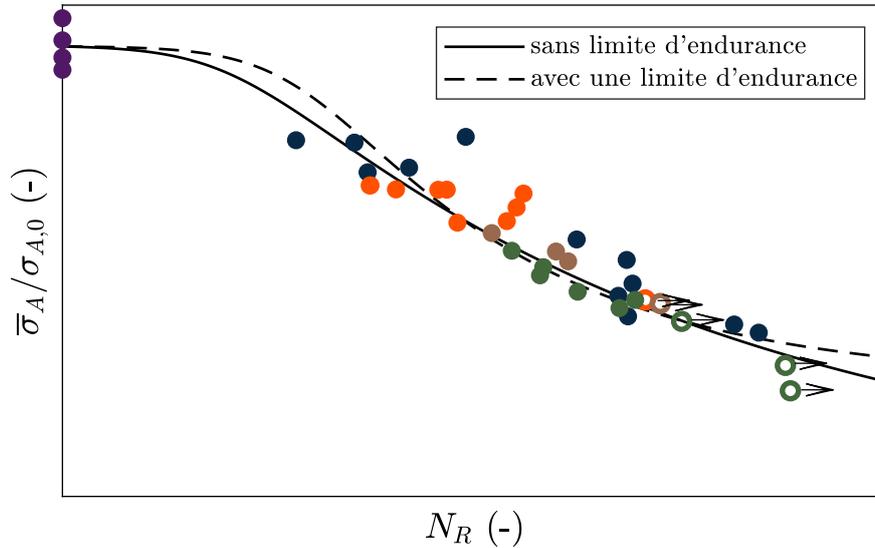


FIGURE 5.20 – Comparaison entre les prédictions du critère de type Sendeckyj et Sendeckyj modifié et les données expérimentales obtenues pour les éprouvettes 8C sens trame sollicitées avec le rapport de charge  $R = 0.05$ .

de contrainte correspondant au seuil d'apparition des premiers endommagements et l'amplitude de contrainte correspondant à la rupture de pente perceptible sur la courbe d'auto-échauffement.

Le premier de ces seuils marque la limite en dessous de laquelle le principal mécanisme dissipatif activé est la viscoélasticité. De ce fait, il paraît naturel d'associer cette valeur de l'amplitude de contrainte à une durée de vie relativement longue ( $10^8$  cycles), soit à la limite d'endurance du matériau. Les chapitres 3 et 4 ont mis en évidence que la rupture de pente perceptible sur la courbe d'auto-échauffement est notamment liée aux concentrations de contraintes provoquées par des endommagements. Il en ressort que cette valeur de l'amplitude de contrainte ne peut pas être associée à une durée de vie illimitée car les endommagements déjà introduits auront tendance à se propager et, éventuellement, à conduire à la rupture. L'association de celle-ci à une valeur empirique de  $10^6$  cycles semble par contre être cohérente avec les résultats expérimentaux. Il convient de souligner que bien que cette association soit empirique, elle n'est pas en contradiction avec les hypothèses fondamentales des approches de caractérisation rapide puisque l'endommagement est un des mécanismes pilotant la fatigue et, de ce fait, l'activation de celui-ci conduira à des durées de vie limitées. Néanmoins, il faut constater que la valeur même de  $10^6$  cycles (ainsi que de  $10^8$  cycles dans le cas où le matériau ne présente pas de limite de fatigue) reste arbitraire et des travaux supplémentaires seraient nécessaires pour dépasser cet aspect empirique.

### 5.4.4 Perspectives

La première perspective naturelle constitue la validation/discrimination de l'existence d'une limite de fatigue. Bien que la réalisation d'une vérification expérimentale soit relativement directe, elle nécessiterait de nombreux essais de fatigue à grand nombre de cycles qui sont coûteux en temps.

Afin de s'affranchir de l'utilisation des seuils empiriques, il serait nécessaire d'établir un lien « plus naturel » entre la contrainte (ou éventuellement l'énergie dissipée) et le nombre de cycles à rupture. L'établissement de celui-ci pourrait reposer sur des analyses statistiques des événements thermiques/acoustiques détectés au cours des essais d'auto-échauffement. Ces analyses statistiques permettraient de caractériser la distribution des endommagements créés en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée. La description de ces distributions pourrait ensuite constituer le dernier élément nécessaire pour la mise en place d'une approche probabiliste, dépassant ainsi l'approche à seuil proposée auparavant.

## 5.5 Bilan

Ce chapitre s'est concentré, dans un premier temps, sur la description du comportement en fatigue du matériau de l'étude. La caractérisation expérimentale a mis en évidence que la réponse mécanique à l'échelle de l'éprouvette est comparable à celle décrite dans la littérature. Les suivis de l'énergie dissipée ont montré que cette grandeur évolue au cours des chargements cycliques et que cette évolution est plus prononcée pour les amplitudes de contrainte plus élevées. Quant à la caractérisation de durée de vie, les résultats expérimentaux se montrent encore qualitativement similaires à ceux retrouvés dans la littérature. Il est, par ailleurs, nécessaire de constater que les essais analysés n'ont pas permis de valider/discriminer l'existence de la limite de fatigue.

La deuxième partie de ce chapitre s'est intéressée aux protocoles de caractérisation rapide en fatigue. Le tableau 5.1 dresse le bilan des approches de caractérisation discutées en précisant notamment les éléments nécessaires pour l'identification des critères de fatigue mentionnés. Dans un premier temps, la pertinence du protocole classique a été évaluée. Les limites de ce protocole, liées notamment à la dispersion expérimentale de l'énergie dissipée, ont été mises en évidence. On constate que ce protocole permet d'évaluer le seuil empirique associé à  $10^6$  cycles, cependant, la dispersion expérimentale ne permet pas de reconstruire une courbe de fatigue moyenne à partir de la courbe d'auto-échauffement obtenue sur une seule éprouvette. Enfin, bien que l'identification d'une courbe de fatigue moyenne effectuée sur plusieurs courbes d'auto-échauffement (obtenues sur plusieurs éprouvettes) semble être une perspective intéressante, il a été constaté que cette approche pragmatique n'exploiterait pas suffisamment les progrès effectués dans la compréhension du comportement thermomécanique.

À cet égard, une nouvelle approche mixte, qui cherche à pallier les problèmes majeurs liés à l'utilisation du protocole de caractérisation rapide classique, a été proposée. Cette approche se base sur un critère de dimensionnement en fatigue existant, qui est identifié à l'aide des résultats issus de la caractérisation thermomécanique et des essais conventionnels (essais de traction à rupture et de fatigue). Les prédictions de ce critère se sont

montrées cohérentes avec les résultats expérimentaux. Bien que la durée de caractérisation estimée est plus importante par rapport à l'approche de caractérisation rapide classique, elle reste bien inférieure à celle d'une approche classique par génération d'une courbe de Wöler. En outre, la description des mécanismes dissipatifs, réalisée pendant cette caractérisation, constitue un résultat important qui peut alimenter la modélisation non-linéaire du matériau.

approche	modèle num.	nombre d'essais nécessaires				sorties	
		auto-échauff.	traction à rupt.	fatigue	durée estimée (jours)	seuils	courbe de fat. moyenne
auto-éch. classique		1			1	$10^6$	
auto-éch. répété		4-8			2-4	$10^6$	potentiellement
Sendeckyj classique	oui	1	4-8		2-4	$10^6, 10^8$	oui
Sendeckyj modifié	oui	1	4-8	5-10	4-10	$10^6, \sigma_d$	oui

TABLE 5.1 – Bilan des approches de caractérisation rapide en fatigue discutées.

## Conclusions et perspectives

Le dimensionnement en fatigue s'appuie le plus souvent sur l'utilisation de courbes de fatigue. Les coûts et délais associés à la génération de ces dernières peuvent devenir très importants notamment du fait des durées d'essais et du nombre d'éprouvettes à tester. C'est pourquoi, la diminution des temps nécessaires pour la caractérisation en fatigue représente un enjeu industriel important.

Depuis plusieurs années, l'attention de l'industrie aéronautique se tourne vers les composites tissés permettant de pallier les problèmes de délaminage liés à l'utilisation des composites stratifiés. En effet, ces matériaux possèdent une versatilité de conception très large (type de fibre et de matrice, variabilité d'échantillonnages et d'architectures de tissage), ce qui accroît notablement l'enjeu de la diminution des temps d'essais nécessaires pour la caractérisation en fatigue durant les phases de développement. C'est dans ce contexte que s'inscrit cette étude qui cherche à évaluer les apports du protocole d'auto-échauffement à la caractérisation thermomécanique sous chargements cycliques, en mettant l'accent notamment sur l'investigation du lien entre l'auto-échauffement et les mécanismes physiques responsables de la ruine du matériau en fatigue.

### Objectif principal

L'analyse de la relation entre la signature thermomécanique et les mécanismes dissipatifs se montre complexe et doit, de ce fait, intégrer plusieurs volets. La figure 6.1 présente la démarche adoptée dans cette étude.

Afin de pouvoir proposer des outils de caractérisation adaptés, il est nécessaire de connaître l'architecture du matériau, d'évaluer certaines propriétés physiques des constituants et de mettre en place une démarche de caractérisation des paramètres thermiques équivalents. Ces différents aspects ont fait l'objet du chapitre 2.

La connaissance des paramètres thermiques s'avère utile pour l'interprétation des observations thermiques qui sont au cœur de la caractérisation thermomécanique présentée dans le chapitre 3. Cette caractérisation, basée sur des observations expérimentales, constitue, en parallèle avec le dialogue essai/calculs (chapitre 4), les éléments clés nécessaires pour la description des scénarios d'endommagement et d'énergie dissipée qui peuvent, enfin, servir de support à la mise en place d'une méthode de caractérisation rapide des propriétés en fatigue (chapitre 5).

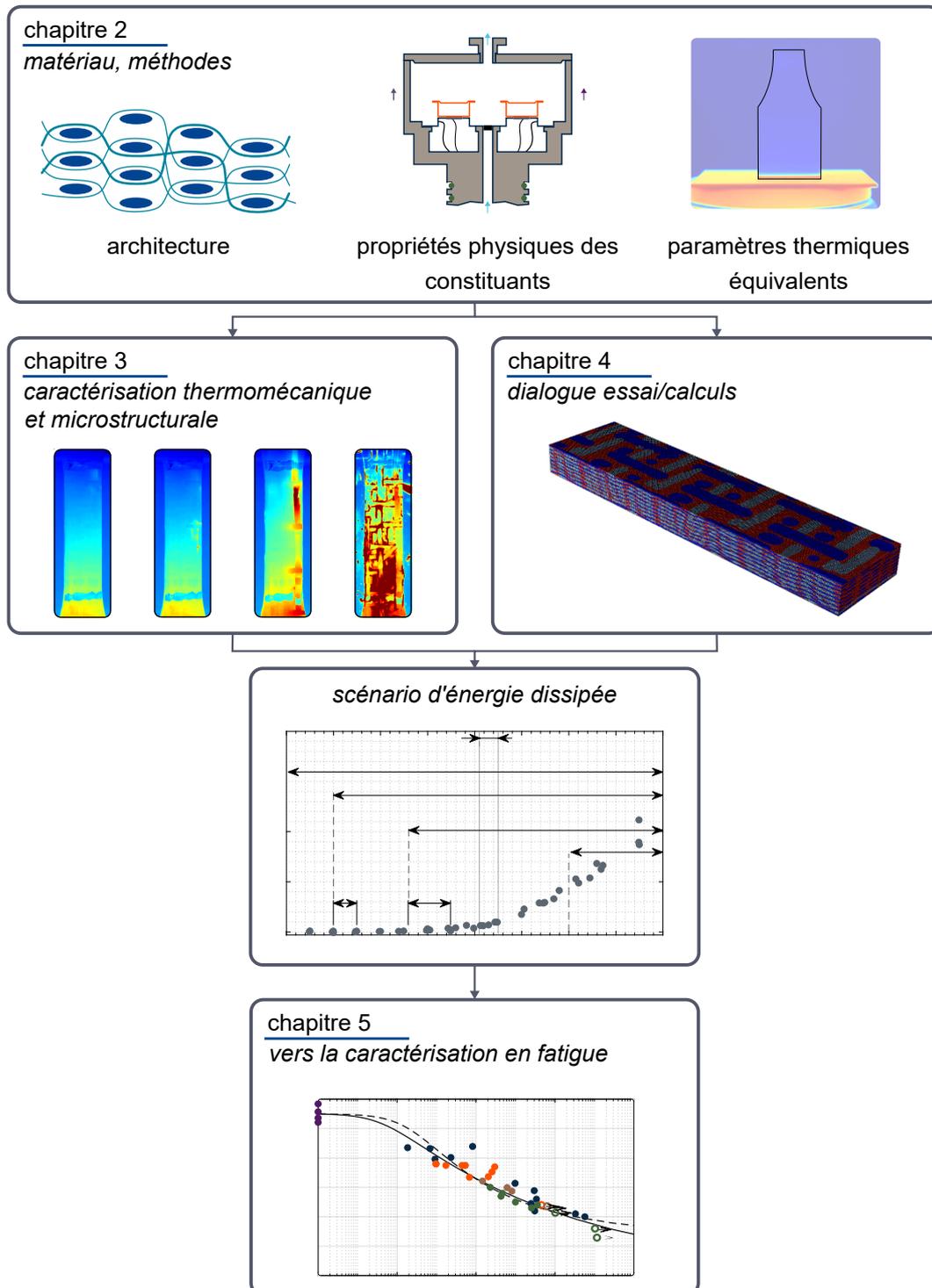


FIGURE 6.1 – Logigramme du manuscrit de thèse.

## Caractérisation thermomécanique

La génération des données expérimentales repose principalement sur trois types de mesures : des observations infrarouges, des suivis acoustiques et des suivis de la déformation/contrainte moyenne.

Afin d'enrichir les bases de données expérimentales obtenues classiquement avec le protocole d'auto-échauffement à l'échelle de l'éprouvette, deux modifications du protocole d'auto-échauffement classique ont été proposées (protocoles inversé et progressif). En outre, certains essais ont été instrumentés simultanément avec une caméra infrarouge et l'émission acoustique. L'utilisation de ce dispositif constitue un autre élément original car le couplage de ces deux techniques n'est pas décrit dans la littérature pour les essais d'auto-échauffement effectués sur cette famille de matériaux.

Cependant, comme le présente la figure 6.2, la caractérisation thermomécanique des composites tissés nécessite la réalisation des analyses à l'échelle de l'éprouvette ainsi qu'à l'échelle du motif de tissage. En effet, il a été montré que les analyses des valeurs moyennes ne permettent pas de garantir la bonne interprétation des résultats expérimentaux à cause de fortes hétérogénéités présentes dans les champs mesurés. En outre, au delà des méthodes d'analyse employées classiquement, les particularités liées aux composites tissés nécessitent la mise en place d'outils spécifiques.

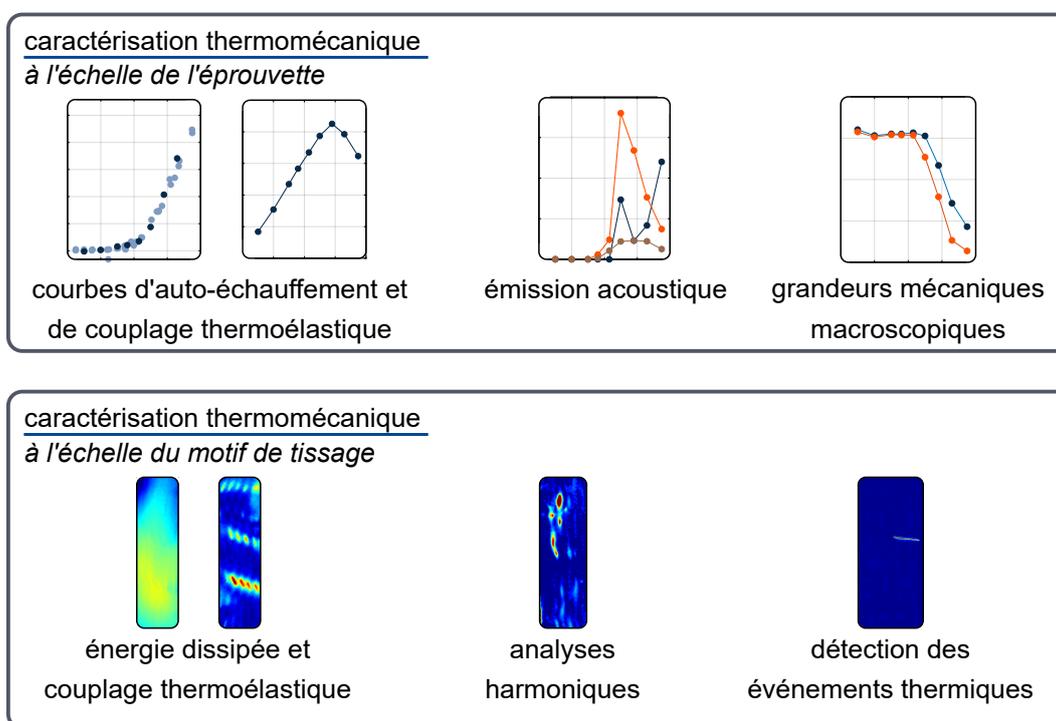


FIGURE 6.2 – Schématisation des principaux éléments d'intérêt de la caractérisation thermomécanique réalisée à partir des mesures expérimentales.

La caractérisation thermomécanique à l'échelle du motif de tissage se base sur des analyses de cartographies, accompagnées par des observations microstructurales (réalisées par microscopie optique ou micro-tomographie aux rayons X). Il convient de rappeler qu'une méthode de compensation de mouvements a été adoptée afin d'améliorer la précision des analyses thermiques, réalisées notamment à l'échelle des champs. Un autre outil d'analyse spécifique à cette famille de matériaux est la détection des événements thermiques traduisant la création d'endommagements. À cette fin, deux protocoles spécifiques ont été mis en place. Le premier repose sur un algorithme de seuillage, le deuxième se sert de la diminution de l'amplitude du couplage thermoélastique. Cette détection se montre utile car elle permet de repérer la position des endommagements produits sur la surface observée pour pouvoir ensuite évaluer leur influence sur la réponse thermique à l'échelle locale. Le troisième outil mis en place spécifiquement pour cette famille de matériaux représente l'évaluation des cartographies des amplitudes à  $2 \times f$  qui se montrent efficaces pour la mise en évidence des zones de frottements produits au cours des chargements cycliques dans les zones endommagées.

## Dialogue essai/calculs

Le dialogue essai/calculs, présenté dans le chapitre 4, permet d'étudier les mécanismes dissipatifs sous chargements cycliques caractérisés par des amplitudes faibles. Il représente, de ce fait, une complémentarité à la caractérisation basée sur les mesures expérimentales pour lesquelles la description de certains mécanismes dissipatifs, activés sous chargements faibles, restent difficile d'accès.

Comme évoqué dans la section précédente, les corrélations essai/calculs peuvent être effectuées à l'échelle de l'éprouvette (du modèle) ou à l'échelle du motif de tissage (cf. figure 6.3). Les grandeurs mécaniques macroscopiques telles que la déformation ou la contrainte nominale représentent naturellement les premiers éléments d'intérêt. Par la suite, les comparaisons se sont concentrées sur l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique.

Les corrélations de l'énergie dissipée permettent d'étudier l'influence de différents mécanismes dissipatifs sur le bilan énergétique. À cet égard, la contribution provenant du comportement viscoélastique de la résine a été évaluée à l'aide des simulations numériques mises en place lors de cette étude. Les corrélations du couplage thermoélastique, quant-à-elles, montrent leur utilité dans l'alimentation/validation des lois de comportement utilisées. En effet, la contribution du couplage thermoélastique donne, sous certaines hypothèses, accès à l'état de contrainte. Il en ressort que les champs de couplage thermoélastique expérimentaux peuvent être utilisés pour valider, d'une manière indirecte, les champs de contrainte simulés.

Enfin, bien que l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique soient classiquement évalués à partir des données expérimentales obtenues avec les protocoles d'auto-échauffement, elles ne font pas toujours l'objet d'un dialogue essais/calculs. Cependant, cette étude montre que ce dernier peut être utilisé pour améliorer la compréhension de la signature thermique et compléter la description des mécanismes dissipatifs, autrement élaborée à partir des données expérimentales.

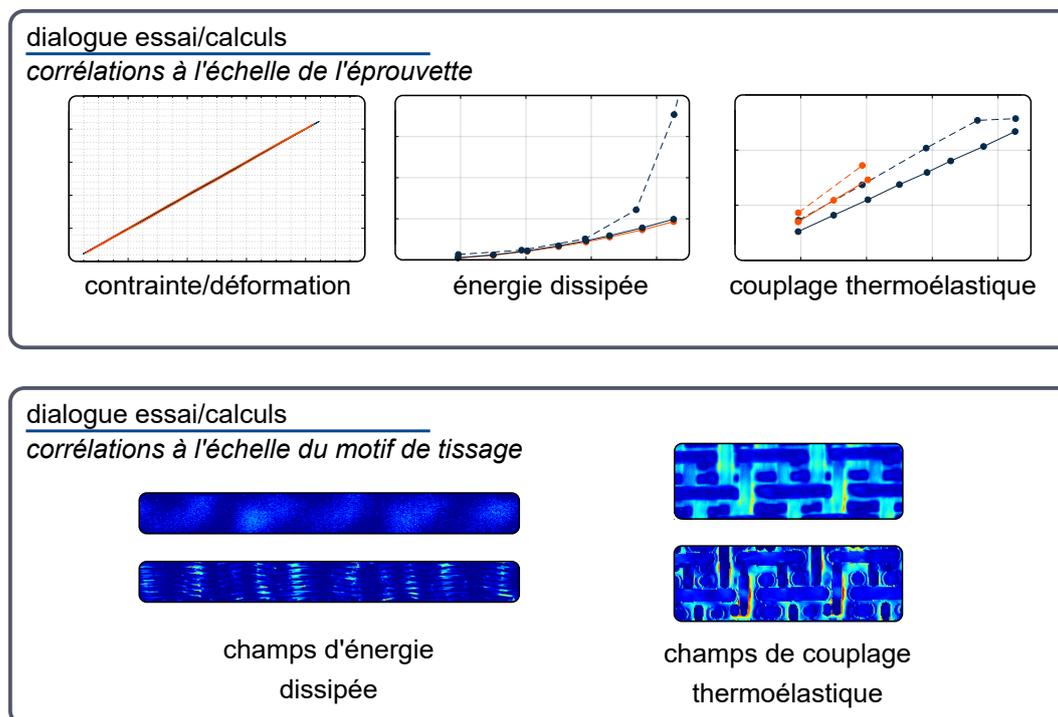


FIGURE 6.3 – Schématisation des principaux éléments d'intérêt du dialogue essai/calculs.

## Scénario d'endommagement et d'énergie dissipée

La figure 6.4 présente des courbes d'auto-échauffement et de couplage thermoélastique avec l'évolution de l'activité acoustique mesurées durant des essais d'auto-échauffement. À l'échelle de l'éprouvette, ces quantités constituent, avec les événements thermiques, les principaux éléments d'appui pour la description des scénarios d'endommagement et d'énergie dissipée associés aux essais d'auto-échauffement. Ces courbes peuvent se scinder en 2 régimes distincts.

*Régime I.* La dissipation mesurée expérimentalement durant le premier régime est majoritairement liée au comportement anélastique de la résine. Bien que les simulations numériques prédisent une apparition progressive de la plasticité pour les amplitudes de contrainte supérieures à 1 MPa/MPa, la viscoélasticité reste la source de dissipation prépondérante jusqu'à l'apparition des premiers endommagements. L'amplitude de contrainte correspondant à l'apparition de ces derniers varie entre 2.6 et 3.6 MPa/MPa. En absence d'endommagements importants, l'énergie dissipée reste indépendante de l'histoire de chargement comme le démontrent les résultats de l'essai d'auto-échauffement progressif. Quant aux premiers événements détectés, ils sont peu nombreux et classés comme des microfissures selon les résultats issus de l'émission acoustique. Ce constat a, par ailleurs, été confirmé par de nombreuses observations surfaciques de la microstructure. Bien qu'à l'échelle globale, les courbes d'auto-échauffement ou les courbes

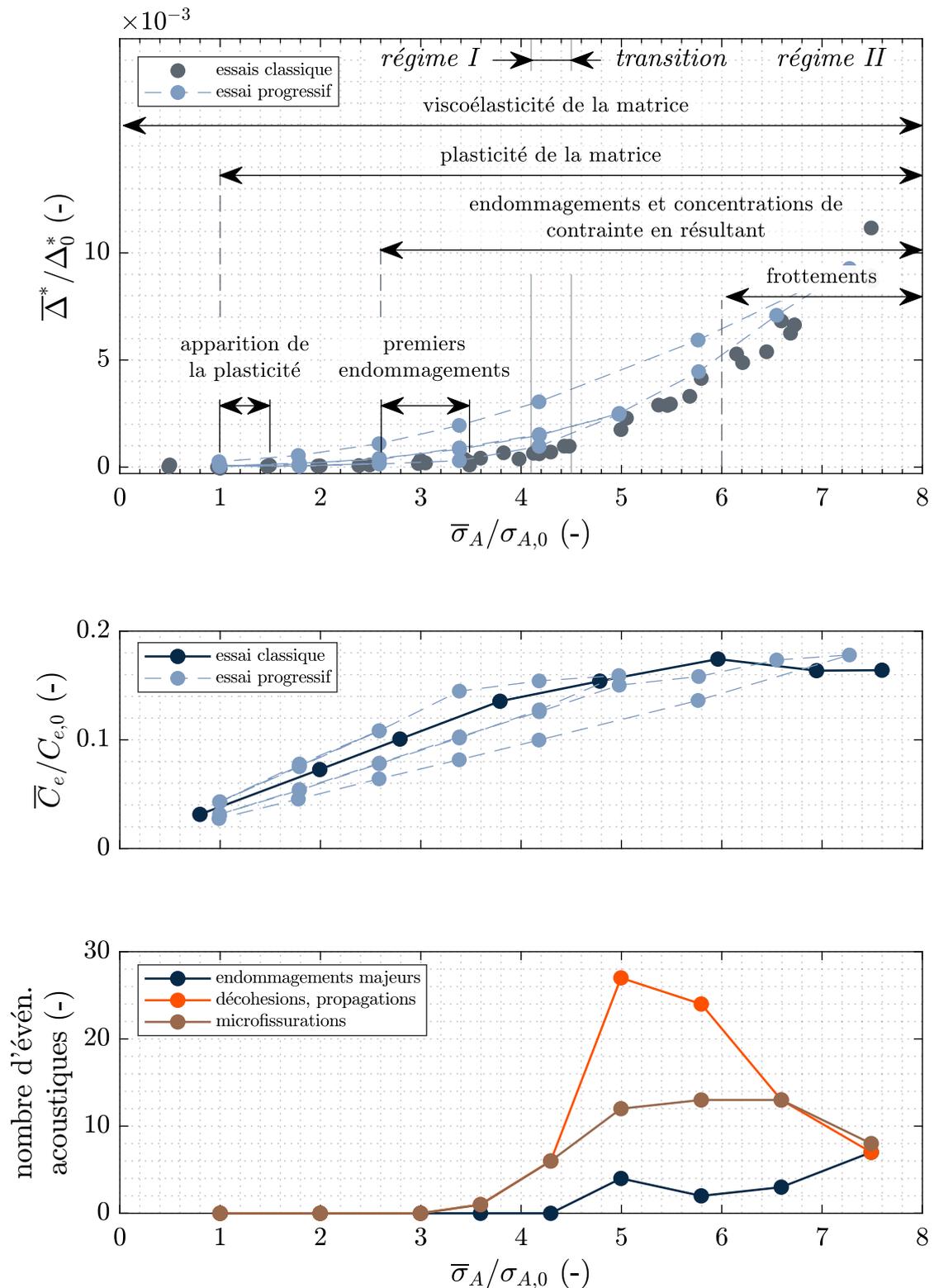


FIGURE 6.4 – Schématisation du scénario de dissipation des essais d’auto-échauffement en parallèle avec les courbes de couplage thermoélastique et l’activité acoustique mesurées durant des essais d’auto-échauffement.

de couplage thermoélastique ne permettent pas de détecter l'apparition des premiers endommagements, les comparaisons essais/calculs ont montré, en s'appuyant sur les résultats de détection des événements thermiques, que la création des endommagements contribue d'une façon non négligeable à l'énergie dissipée à l'échelle globale ainsi qu'à l'échelle locale. Il a également été montré que le développement de ces événements provoque des effets secondaires comme des concentrations de contrainte qui entraînent une hausse de l'énergie dissipée, graphiquement perceptible comme la rupture de pente. La transition de régime est ainsi évaluée entre 4.1 et 4.5 MPa/MPa.

*Régime II.* Comme le montre déjà la section 3.5, le deuxième régime est caractérisé par un développement rapide des endommagements qui culmine autour des amplitudes de 5 jusqu'à 6 MPa/MPa, selon l'activité acoustique. L'importance de ces endommagements est également traduite par la perte du facteur de linéarité initial des courbes de couplage thermoélastique. L'accélération de l'augmentation de l'énergie dissipée devient évidente même à l'échelle globale. Cette augmentation plus prononcée est le résultat des endommagements induits précédemment comme en témoigne l'effet d'hystérésis présent sur la courbe d'auto-échauffement de l'essai progressif. Enfin, l'intensité de création d'endommagements, qui est traduite par l'activité acoustique, diminue pour les amplitudes de contrainte supérieures à 6 MPa/MPa. Ce moment correspond également à l'apparition des frottements comme une source de dissipation importante. À cause de leur caractère local, ceux-ci doivent être mis en évidence par les cartographies des amplitudes à  $2 \times f$ . La croissance continue des frottements en tant que source de dissipation explique également pourquoi l'énergie dissipée continue d'augmenter pour les amplitudes de contrainte supérieures à 6 MPa/MPa bien que l'intensité de la création de nouveaux endommagements diminue.

## Caractérisation rapide en fatigue

Le chapitre 5 a montré que la réponse mécanique du matériau d'étude à l'échelle de l'éprouvette était comparable à celle décrite dans la littérature. Ensuite, deux protocoles de caractérisation rapide des propriétés en fatigue ont été évalués. Ceux-ci cherchent à identifier un critère de fatigue en se basant sur les résultats obtenus par la méthode d'auto-échauffement.

Le premier protocole d'identification, classiquement utilisé dans la littérature, propose une identification empirique d'un critère de fatigue basé sur une loi de type Basquin. Les limites de ce protocole classique sont liées notamment à la dispersion expérimentale de l'énergie dissipée accompagnée d'une méconnaissance des contributions provenant des différents mécanismes dissipatifs.

Le deuxième protocole d'identification, mis en place lors de cette étude, cherche à pallier les principaux problèmes liés à l'utilisation du protocole classique et propose une approche mixte pour identifier un critère de dimensionnement en fatigue déjà utilisé pour les composites tissés. Bien que la démarche d'identification reste partiellement empirique, elle repose sur les avancées effectuées dans la caractérisation thermomécanique, synthétisés par les scénarios d'endommagements et d'énergie dissipée. Enfin, il convient

de mettre en avant que ce protocole est utilisable dans le cadre industriel comme un outil de dimensionnement en fatigue.

## Perspectives

De nombreuses perspectives aux travaux présentés dans ce manuscrit ont été dégagées. Bien que des outils permettant d'identifier les seuils d'activation des différents mécanismes dissipatifs aient été mis en place, la quantification de la contribution à l'énergie dissipée globale reste difficile pour certains d'entre eux.

La quantification des contributions des mécanismes dissipatifs prépondérants durant le régime I, est relativement bien décrite. Les simulations numériques mises en place permettent d'évaluer la contribution de la viscoélasticité de la résine, qui reste la source de dissipation prépondérante pour la majorité des amplitudes de contrainte appliquées durant ce régime. La piste d'amélioration naturelle est d'intégrer la partie plastique du comportement de la résine pour pouvoir évaluer son impact sur le bilan énergétique global. En outre, cette voie pourrait être davantage poursuivie en modélisant les premiers endommagements pour ensuite étudier leur influence sur l'énergie dissipée et le couplage thermoélastique à l'échelle globale et locale.

En ce qui concerne la dissociation des contributions à l'énergie dissipée liées aux effets secondaires des endommagements induits (des concentrations de contrainte et des frottements), celle-ci représente le principal élément manquant dans la description du régime II. Comme évoqué dans le paragraphe précédent, les effets des concentrations de contrainte pourraient être évalués par des simulations numériques utilisant des modèles de géométries fissurées. La quantification de l'énergie dissipée par frottements nécessiterait, quant-à-elle, la mise en place de simulations numériques complexes qui accompagneraient les analyses des champs de température expérimentaux.

À cette fin, deux voies ont été identifiées. Les simulations numériques pourraient s'appuyer sur des modèles de géométries fissurées et chercher à quantifier l'énergie dissipée globale en utilisant des lois de comportement viscoélastiques et plastiques. La différence entre les prédictions numériques et les valeurs obtenues expérimentalement renseignerait ensuite sur la contribution de l'énergie dissipée par frottements. Une autre stratégie pourrait s'appuyer sur des simulations numériques thermiques. Les analyses de celles-ci et des données expérimentales pourraient permettre de quantifier cette énergie dissipée par frottements. Néanmoins, la mise en place de ces simulations nécessiterait les valeurs des propriétés thermiques à l'échelle locale dont l'identification reste complexe. À cet égard, la quantification de l'énergie dissipée par frottements reste une perspective à moyen/long terme.

Il est également important d'étendre la caractérisation thermomécanique à d'autres rapports de charge et éventuellement à d'autres architectures des composites tissés. Les premières analyses, présentées dans ce manuscrit, concernent le rapport de charge  $R = -1$ . Celles-ci doivent, cependant, être complétées afin d'identifier les mécanismes dissipatifs activés dans les différentes configurations pour pouvoir ensuite décrire les scénarios d'endommagement et d'énergie dissipée associés.

Un autre point qui mérite d'être abordé concerne la transition vers la caractérisation rapide en fatigue. Bien que l'approche mixte, proposée dans ce manuscrit, cherche à s'appuyer davantage sur les résultats de la caractérisation thermomécanique, l'identification du critère reste partiellement empirique. Les analyses statistiques des endommagements au travers de leurs signatures thermiques et acoustiques pourraient constituer le premier élément nécessaire pour pouvoir proposer un modèle probabiliste intégrant la description de la population des endommagements.

Enfin, il serait également intéressant de tester les outils développés au cours de cette étude sur des cas d'études plus complexes (éprouvettes de structure et éventuellement pièces industrielles). En effet, il a été montré que les différents post-traitements mis en place permettent d'accéder à des bases de données expérimentales riches. Celles-ci pourraient alimenter les comparaisons essais/calculs utilisées aujourd'hui dans le cadre industriel durant les phases de dimensionnement.



## Identification des temps caractéristiques

Les temps caractéristiques sont évalués à partir des courbes de refroidissement obtenues durant des essais d'auto-échauffement ou des essais de fatigue. Elles sont évaluées à partir des champs de température expérimentaux et moyenne sur la région d'intérêt. L'identification est faite en utilisant l'équation suivante :

$$\theta(t) = \theta_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eq}}}\right) \quad (\text{A.1})$$

où  $\theta_0$  est la variation de température initiale et  $\tau_{\text{eq}}$  est le temps caractéristique pour la configuration donnée. Un exemple d'identification est présenté sur la figure A.1.

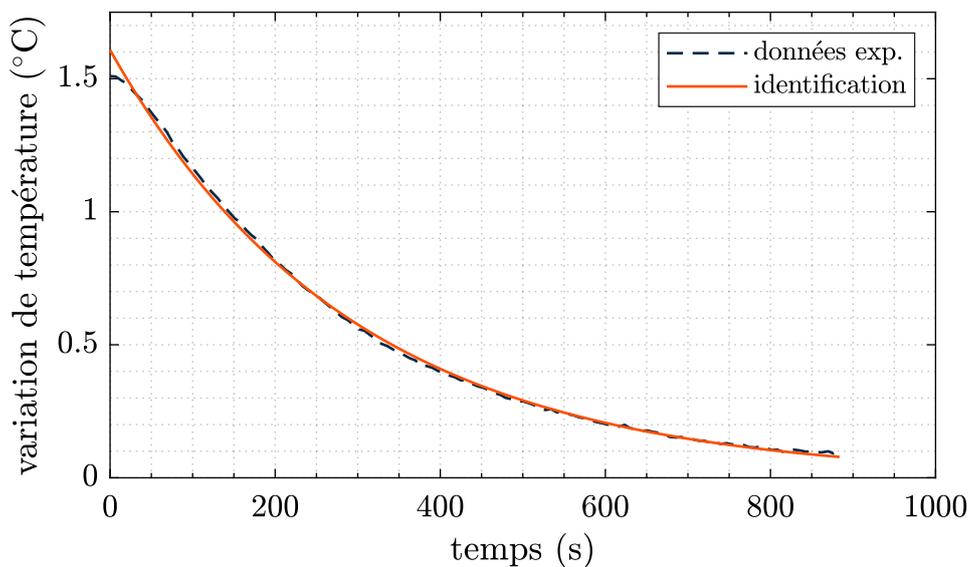


FIGURE A.1 – Exemple d'identification du temps caractéristique durant la période de recouvrement d'un essai d'auto-échauffement effectué sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-04.

L'identification a été réalisée pour tous les types d'éprouvettes utilisés. Pour chaque type, l'identification a été effectuée sur plusieurs éprouvettes afin de mettre en évidence la répétabilité. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant.

sens trame	$\tau_{eq}$ (s)	sens chaîne	$\tau_{eq}$ (s)
888-3D208-9-ASN03-TE90-02	264.1	888-3D208-9-ASN03-TE0-09	212.4
	288.6	888-3D208-9-ASN04-TE0-02	273.24
	275.4		258
888-3D208-9-ASN03-TE90-03	273.1	888-3D208-9-ASN02-TE0-02	207.5
	293.6	888-3D208-9-B-SN02-TE0-08	252.5
888-3D208-9-ASN03-TE90-04	291	888-3D208-9-B-SN02-TE0-06	257.6
	296.5	888-3D208-9-B-SN02-TE0-05	220.1
		888-3D208-9-ASN03-TE90-05	289.5
888-3D208-9-ASN03-TE90-06	321.8	888-3D208-9-B-SN02-TE0-03	232
	247.3		231.9
888-3D208-9-ASN05-TE90-04	258.3	888-3D208-9-B-SN02-TE0-02	229.2
	306.2		229.6
<b>moyenne</b>	<b>283.8</b>	<b>moyenne</b>	<b>236.7</b>

(a) éprouvettes 8 couches

sens trame	$\tau_{eq}$ (s)	sens chaîne	$\tau_{eq}$ (s)
888-3D204-9-BSN01-TE90-01	254.7	888-3D204-9-BSN01-TE0-02	161.5
	229.4	888-3D204-9-BSN01-TE0-05	150.5
888-3D204-9-BSN01-TE90-02	182.9		139.5
888-3D204-9-BSN01-TE90-06	202		176.3
	173.1	888-3D204-9-BSN03-TE0-11	152.5
888-3D204-9-BSN03-TE90-05	207.1	888-3D204-9-BSN03-TE0-07	134.6
888-3D204-9-BSN03-TE90-06	181.9		135.2
	216.1		139.3
	224.5		132.5
<b>moyenne</b>	<b>208.</b>	<b>moyenne</b>	<b>146.9</b>

(b) éprouvettes 4 couches

TABLE A.1 – Ensemble de temps caractéristiques identifiés.

# Alimentation des analyses de la signature thermique en utilisant le tenseur de conductivité équivalent

Les résultats présentés dans cette annexe cherchent à alimenter les analyses des champs de température obtenus à partir du protocole d'auto-échauffement (présentés dans le chapitre 3). L'accent est mis notamment sur la génération des cartographies de couplage thermoélastique et d'énergie dissipée, qui a été présentée dans la section 3.2.3. Celle-ci s'appuie sur la résolution de l'équation de la chaleur en régime transitoire, qui donne accès à une photographie 2D des termes sources. L'intervalle d'identification définit pour cette démarche correspond à 4 s. L'objectif des sections suivantes est d'établir un indicateur qui renseignerait sur l'influence de la propagation de la chaleur sur les photographies 2D ainsi obtenues. L'influence de la propagation de la chaleur est évaluée au travers des simulations numériques utilisant les paramètres thermiques équivalents dont l'identification a été présentée dans la section 2.4.

## B.1 Mise en place du modèle numérique et définition de la longueur caractéristique

Comme précisé dans l'introduction, la modélisation présentée dans cette section ne cherche pas à résoudre des situations complexes, qui peuvent se produire durant les essais. L'objectif de ces simulations numériques est d'établir un indicateur simple permettant de mieux comprendre la dynamique de la propagation de la chaleur au sein de l'éprouvette. À cet égard, il a été décidé de s'appuyer sur un modèle simple, schématiquement illustré sur la figure B.1. Celui-ci cherche à simuler la propagation de la chaleur dans la largeur (figure B.1a) et dans l'épaisseur (figure B.1b) de l'éprouvette, ce qui permet ensuite d'étudier les changements de température associés. À cette fin, une différence de température de 0.1 °C est imposée sur une de ces surfaces et différents profils de température sont analysés par la suite. La valeur imposée s'inspire de la valeur de l'écart initial obtenu expérimentalement pour le cas présenté dans la section B.2.

Les simulations ont été effectuées avec le code de calcul par éléments finis Abaqus. Les propriétés physiques correspondent à celles utilisées dans le chapitre 2 : la densité

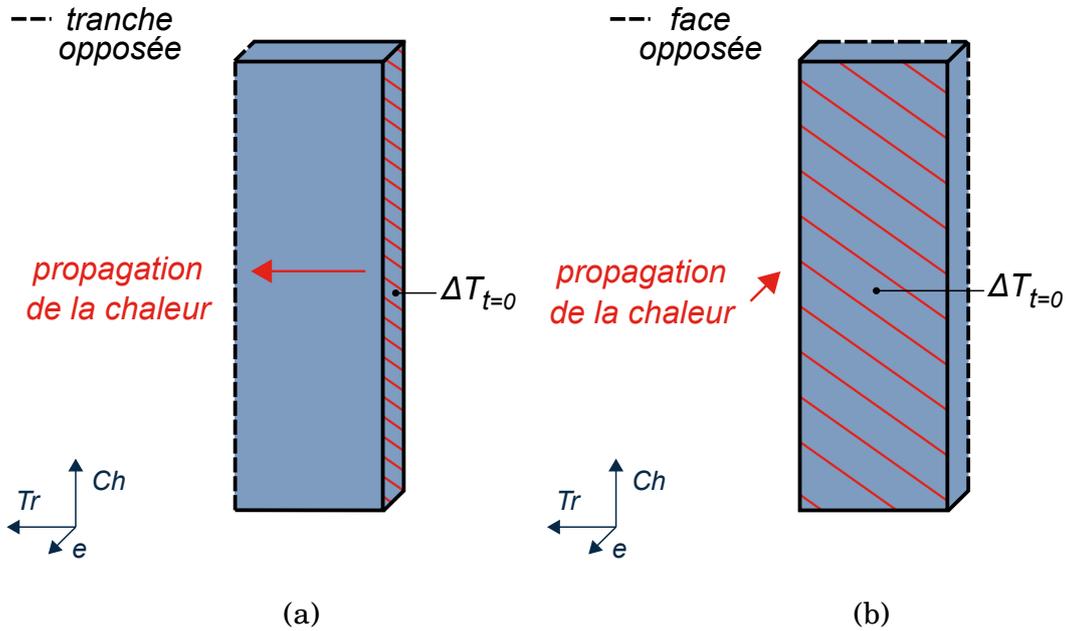


FIGURE B.1 – Schématisation du modèle éléments finis utilisé pour l'étude de la propagation de la chaleur : (a) dans la largeur de l'éprouvette, (b) dans l'épaisseur de l'éprouvette.

$\bar{\rho} = 1515 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et la chaleur spécifique  $\bar{c}_p = 1115 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Afin de garder la modélisation simple, les échanges par convection se font par l'ensemble de la surface du modèle. Le coefficient d'échange par convection utilisé est celui identifié dans la section 2.4.1 :  $15.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ . Les composantes du tenseur de conductivité équivalent ont été identifiées également dans la section 2.4 :  $\bar{\lambda}_{\text{Ch}} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $\bar{\lambda}_{\text{Tr}} = 4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $\bar{\lambda}_e = 1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

En prenant en compte la forme du tenseur de conductivité équivalent, il est possible de ne pas faire la distinction entre le sens chaîne et trame puisque le coefficient de conduction est identique dans ces deux directions. On ne considère alors que les cas de propagation de la chaleur dans la largeur et dans l'épaisseur. Afin d'illustrer l'évolution de la température associée à cette propagation de la chaleur, les évolutions de la température moyenne obtenues sur les surfaces opposées (cf. figure B.1), pour un modèle de l'éprouvette sens trame 8C, ont été tracées sur la figure B.2.

La figure B.2a montre la température moyenne obtenue sur la tranche opposée à celle initialement affectée par l'imposition de la différence de température. La figure B.2b montre une évolution similaire, obtenue pour la configuration présentée sur la figure B.1b. En observant ce graphique, il est possible de constater que la température se stabilise après un certain temps. Il est également évident que la durée nécessaire pour la stabilisation dépend du coefficient de conduction équivalent ainsi que de la distance entre les surfaces considérées. Dans ce cas, celle-ci correspond respectivement à la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette sens trame 8C. Il en ressort qu'en modifiant cette

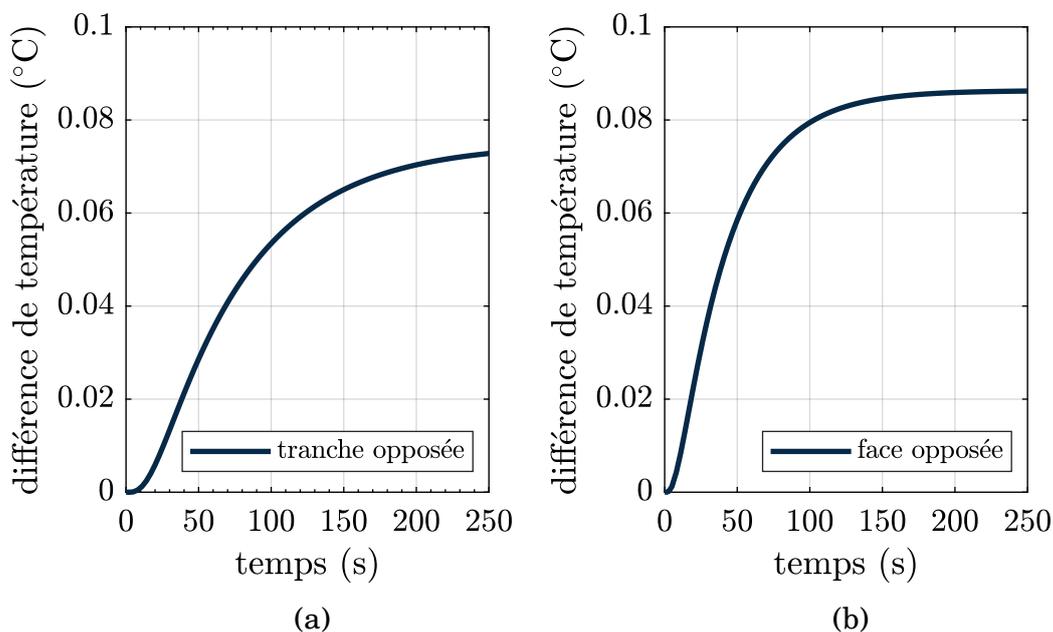


FIGURE B.2 – Évolution de la température moyenne obtenues sur : (a) la tranche opposée, (b) la face opposée à la surface affectée initialement par l'imposition d'une différence de température de 2 °C.

distance, la stabilisation arrivera plus ou moins rapidement. L'indicateur utilisé pour la description de la dynamique de la propagation de la chaleur se base alors sur cette distance et sera appelé *la longueur caractéristique*. Celle-ci correspond à l'épaisseur/la largeur maximale qui permet à la surface opposée d'atteindre la température de 0.09 °C après une durée de 4 s, qui correspond à la durée de l'intervalle d'identification utilisée pour la génération des cartographies des termes sources. En considérant cette définition, la longueur caractéristique dans la direction de l'épaisseur a été évaluée à environ 1.3 mm et celle dans la direction de la largeur à environ 2.8 mm.

## B.2 Validation expérimentale

Afin de vérifier la pertinence des indicateurs identifiés dans la section précédente, il a été décidé d'analyser les champs de température obtenus sur les deux faces d'une éprouvette sollicitée avec des chargements cycliques. Ces chargements représentent 50 cycles appliquées à l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE90-03 avec un rapport de charge de  $R = 0.05$ . Il s'agit alors de la configuration sens trame 4C. Deux caméras infrarouges ont été placées de part et d'autre de l'éprouvette pour observer les deux faces (cf. figure B.3).

Les caméras infrarouges utilisées sont la caméra InfraTec Image IR 10300, dont les caractéristiques ont été présentées dans la section 2.2.5.2, et la caméra FLIR Systems SC7600, dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau B.1.



FIGURE B.3 – Dispositif expérimental de l'essai instrumenté avec deux caméras infrarouges.

Caractéristique	Caméra IR SC7600
détecteur	InSb
bande spectrale	(3.4 – 5.1) $\mu\text{m}$
unité de refroidissement	stirling
pitch	15 $\mu\text{m}$
temps d'intégration	(0.2 – 200000) $\mu\text{s}$
fréquence d'acquisition <sup>1</sup>	100 Hz
FPA	640 × 512

TABLE B.1 – Caractéristiques de la caméra infrarouge FLIR Systems SC7600

Pour comparer les réponses thermiques des deux faces observées, les variations de température moyennes sur la région d'intérêt ont été tracées sur la figure B.4. Ces deux évolutions montrent que l'écart entre ces deux courbes est progressivement réduit jusqu'à ce qu'un équilibre thermique dynamique soit trouvé. Cet écart provient sans doute d'une distribution non-uniforme des sources thermiques activées sous chargements cycliques. Étant donné que la réponse thermomécanique dépend de la microstructure, les variations de température moyennes obtenues sur les deux faces ne peuvent pas être identiques car les faces observées ne sont pas identiques d'un point de vue de la microstructure. En outre, l'architecture du matériau n'est pas symétrique par rapport au plan médian.

Afin de pouvoir estimer le temps nécessaire pour que l'éprouvette sollicitée retrouve son équilibre thermique dynamique, la figure B.5 trace les évolutions des différences de température obtenues au début du chargement en parallèle avec les écarts évalués entre ces deux suivis aux moments des chargements maximaux et minimaux. Après une période transitoire, les valeurs des écarts se stabilisent à partir d'environ 6 s et ensuite évoluent de manière analogue. Cette durée sera alors considérée comme nécessaire pour l'obtention des réponses thermiques moyennes comparables dans le cas de la configuration étudiée.

1. fréquence maximale disponible en pleine fenêtre

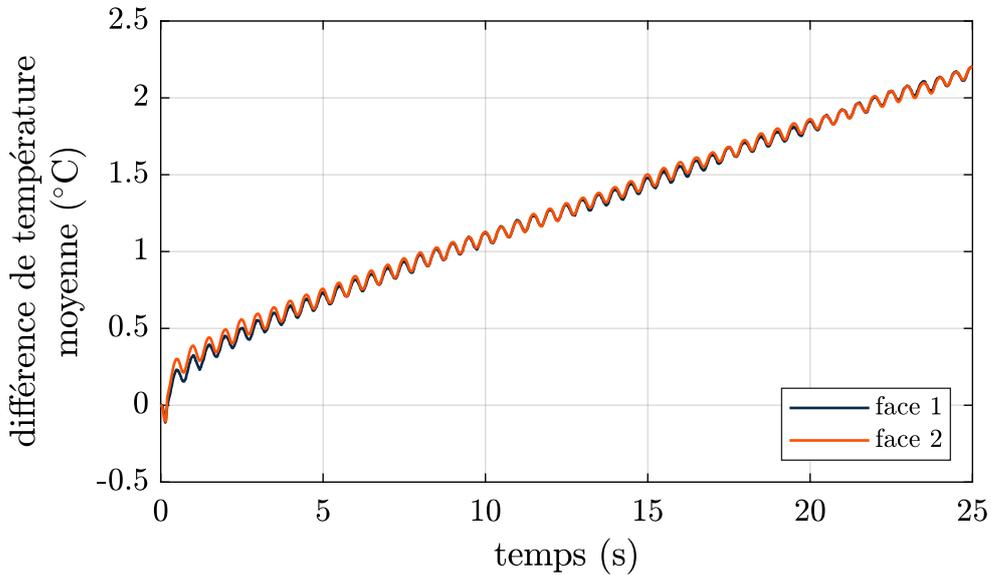


FIGURE B.4 – Comparaison des différence de températures moyennes obtenues sur les faces opposées de l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE90-03 lors de l'application des chargements cycliques.

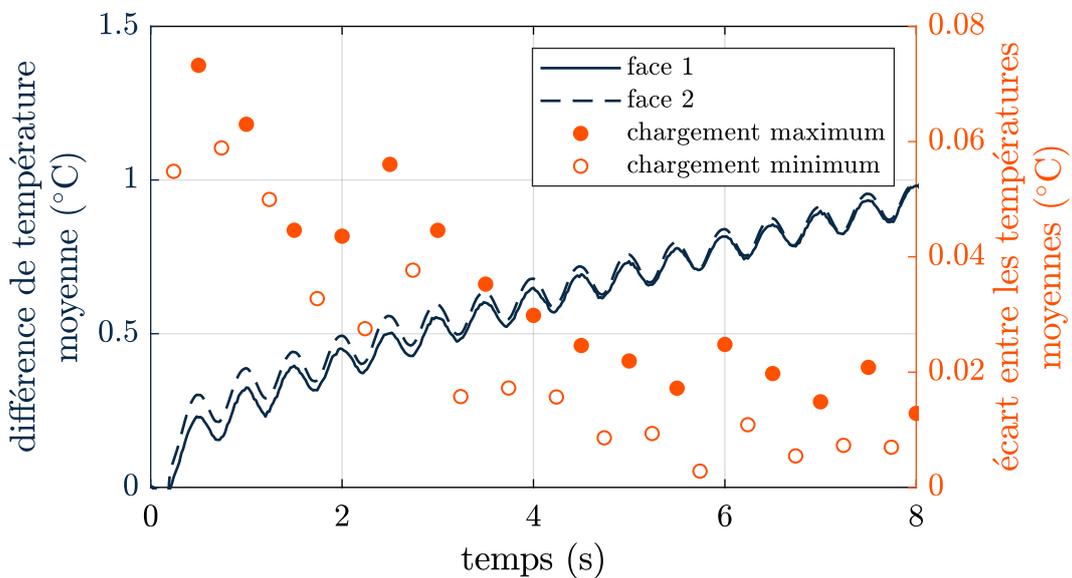


FIGURE B.5 – Les évolutions des différence de températures moyennes obtenues sur les faces opposées de l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE90-03 lors de l'application des chargements cycliques ainsi que les écarts évalués entre ces deux évolutions pour les chargements maximaux et minimaux.

### **B.3 Bilan et discussions**

Les simulations basées sur les paramètres thermiques équivalents ont montré que la profondeur des zones d'influence, qui pourraient potentiellement affecter les cartographies, évaluées à partir des observations expérimentales, est relativement petite. Cela indiquerait que les cartographies obtenues traduisent majoritairement les phénomènes qui se produisent sur la surface observée. Par ailleurs, ce résultat concerne d'autant plus les cartographies de couplage thermoélastique puisque cette composante varie généralement plus rapidement par rapport à la durée de l'intervalle d'identification. Il est cependant crucial de rappeler que les simulations effectuées sont simplistes et ne prennent pas en compte la distribution de la température, qui est évidemment spatialement non-uniforme. De ce fait, les résultats obtenus à partir de ces simulations numériques doivent être considérés comme indicatifs.

Afin de fournir un élément de validation expérimental, des observations infrarouges des faces opposées de l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE90-03, lorsque cette dernière subit des sollicitations cycliques, ont été réalisées. Les évolutions des températures moyennes obtenues sur ces deux faces montrent qu'après une période transitoire arrive une stabilisation où les réponses thermiques moyennes deviennent comparables. La durée de la période transitoire a été évaluée à 6 s. On précise que la longueur caractéristique associée à cette durée de 6 s est égale à 2 mm. Néanmoins, il est nécessaire de rappeler que la définition de cette longueur caractéristique se base sur un cas limite où la chaleur traverse toute la distance entre les deux faces observées. Une valeur inférieure à la valeur de l'épaisseur de l'éprouvette (4 mm) indiquerait alors un déséquilibre moins extrême. Bien que ce résultat confirme que la distribution des termes sources est spatialement non-homogène, il est possible de constater que cette non-homogénéité ne semble pas avoir une influence majeure sur les résultats d'identification des cartographies.

## Évaluation de la valeur du seuil pour la technique de détection à seuil des événements thermiques

Comme évoqué dans la section 3.2.5.1, les résultats obtenus avec la technique de détection des événements thermiques à seuil dépendent fortement de la valeur du seuil. L'objectif est de fixer cette valeur aussi basse que possible afin de détecter même les événements d'énergie faible qui ne provoquent pas des élévations de température élevées. La première limitation est d'éviter la détection des régions manifestant des élévations de température sensibles qui ne sont cependant pas causées par des événements thermiques. Cela concerne particulièrement des amplitudes de contrainte élevées qui peuvent être à l'origine des élévations de température qui dépassent le seuil établi. Le deuxième enjeu est de limiter la zone affectée par la diffusion. En effet, quand un événement thermique se produit, il provoque une élévation de température qui est diffusée rapidement. Cela entraîne une élévation de température dans le voisinage de l'événement qui pourrait également dépasser le seuil fixé. Néanmoins, comme ce dépassement n'est pas lié à la formation d'un nouvel événement mais plutôt à la propagation de l'événement d'origine, ce voisinage ne devrait pas être inclus dans les résultats de détection. Afin de vérifier ces deux aspects qui pourraient biaiser les résultats, une étude de sensibilité ainsi que des observations de refroidissement à l'échelle mésoscopique ont été effectuées.

Les résultats de l'étude de sensibilité, présentés sur la figure C.1, ont été obtenus sur l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-03 observée sur la face et sollicitée avec le protocole d'auto-échauffement classique (cf. section 3.3.1.1). Deux variables ont été analysées : le nombre d'événements détectés et la surface relative associée. Le graphique affiche les résultats obtenus pour l'ensemble de l'essai effectué et pour différentes valeurs du seuil allant de 0.05 jusqu'à 0.5 °C. Bien que la surface relative détectée semble stabiliser à la valeur de 0.2 °C, le nombre d'événements détectés ne semble stabiliser qu'entre 0.3 °C et 0.4 °C. Étant donné que la surface relative est utilisée plus souvent pour les analyses postérieures et vu que la différence entre les nombres comptés à 0.3 °C et 0.4 °C n'est pas critique, la valeur du seuil a été fixée à 0.3 °C.

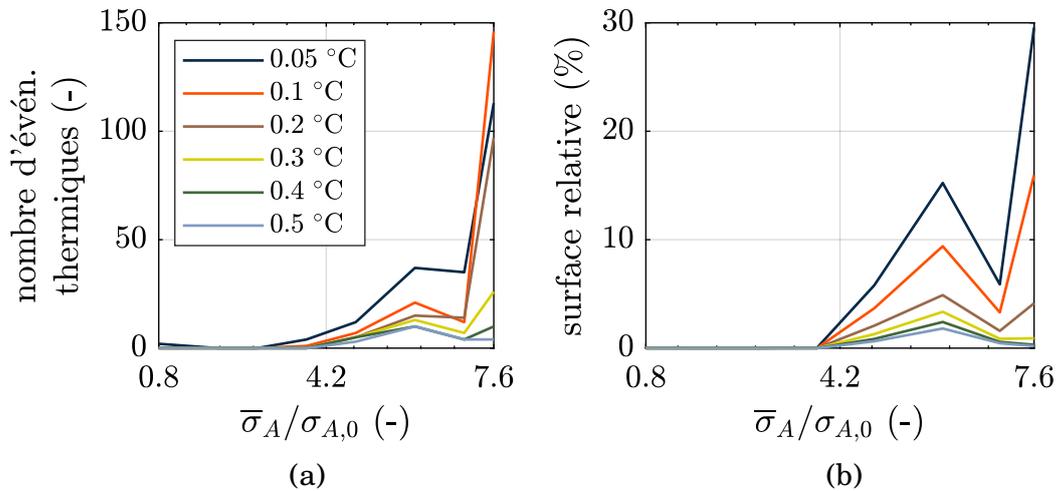


FIGURE C.1 – Exemple de la sensibilité des résultats de détection sur la valeur du seuil.

Afin de décrire les effets de diffusion à l'échelle mésoscopique, des observations du refroidissement qui suit la création d'un événement thermique ont été effectuées. L'idée est d'appliquer un chargement brusque suivi par une période de fluage (cf. figure C.2). Ce chargement peut générer un événement thermique détectable par la caméra infrarouge. Ces observations peuvent ensuite être utilisées pour quantifier la vitesse de diffusion.

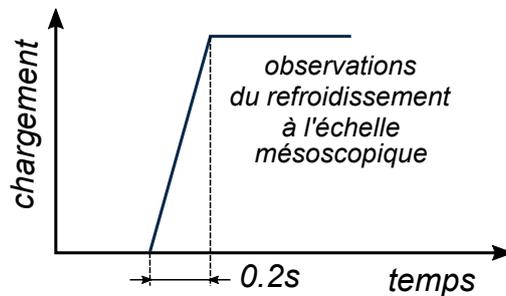


FIGURE C.2 – Illustration de l'essai de fluage.

La période de refroidissement est schématiquement présentée sur la figure C.3. Il est possible de noter que l'élévation de température initiale est diffusée rapidement. Figure C.5b confirme qu'un pixel localisé au milieu de la zone affectée met moins d'une seconde pour retrouver un équilibre thermique.

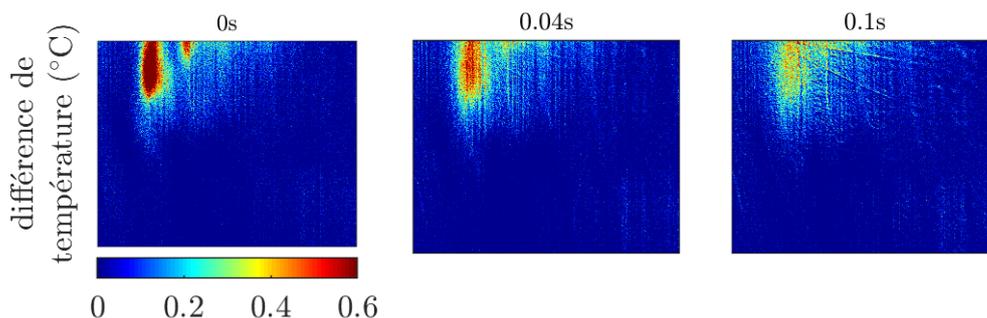


FIGURE C.3 – Illustration de la période de refroidissement qui suit la création d'un événement thermique.

Par ailleurs, il est possible de remarquer que la zone thermiquement affectée reste relativement petite car l'élévation de température initiale ne semble pas se propager dans le plan x-y. Cette constatation est confirmée par la figure C.5a qui montre l'évolution d'un profil de température obtenu selon la direction x. Il en ressort que les changements de la largeur initiale du profil restent insignifiants, particulièrement à l'échelle macroscopique, qui est l'échelle à laquelle la détection est généralement réalisée. Cela indiquerait que l'évacuation de la chaleur se produit principalement dans la direction perpendiculaire au plan x-y observé.

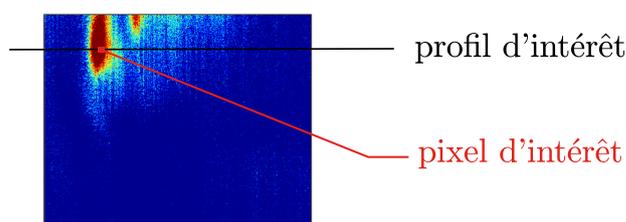


FIGURE C.4 – Schématisation du profil ainsi que du pixel d'intérêt.

Bien que ces analyses ne soient pas exhaustives, elles peuvent servir de règle empirique pour guider le choix de la valeur du seuil pour un matériau. Dans le cas présenté, la valeur de  $0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$  semble détecter la majorité des événements produits sans biaiser les résultats par des pixels mal identifiés. Enfin, il a été montré que les erreurs induites par les effets de diffusion sont négligeables.

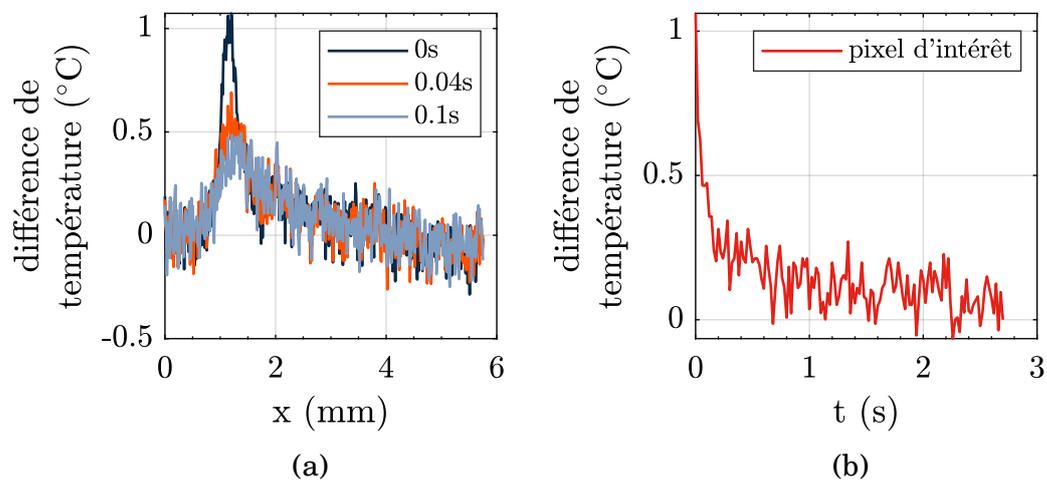


FIGURE C.5 – Illustration d'évolutions de la température durant la période de refroidissement : (a) profils de température, (b) température du pixel d'intérêt.

# Application du protocole d'auto-échauffement à l'ensemble des configurations

## D.1 Éprouvettes 8C

### D.1.1 Sens trame

#### D.1.1.1 Rapport de charge $R = -1$

La figure D.1a montre la comparaison entre une courbe d'auto-échauffement obtenue en traction-compression avec les courbes obtenues en traction-traction. Il est néanmoins nécessaire de rappeler que les deux rapports de charge ne donnent pas la même contrainte maximale pour la même amplitude de contrainte ( $\sigma_{max} = \sigma_A$  pour le rapport de charge  $R = -1$  alors que  $\sigma_{max} \approx 2.1\sigma_A$  dans le cas de  $R = 0.05$ ). De ce fait, une analyse quantitative de cette comparaison reste délicate.

En examinant la courbe d'auto-échauffement obtenue en traction-compression, il est encore possible de constater une accélération de l'augmentation de l'énergie dissipée. Cependant l'allure de la courbe est plus régulière et la transition se montre plus progressive sans la rupture de pente « brutale » qui a été constatée en traction-traction.

La figure D.1b révèle l'évolution des modules de Young qui diminuent de manière notable principalement durant les trois derniers paliers. Ici, il est nécessaire d'ajouter que la rupture est intervenue lors du dernier palier après 47 cycles.

La perte de raideur observée sur la figure D.1b corrèle bien avec l'activité acoustique enregistrée durant l'essai. Celle-ci est résumée sur les figures D.1c et D.1d. En effet, les pics de la classe « endommagements majeurs » prennent une ampleur décisive durant les deux derniers blocs.

Il en ressort que les mécanismes d'endommagements ainsi que les mécanismes dissipatifs sont différents pour les deux rapports de charge testés. Cette conclusion est conforme aux observations des éprouvettes rompues illustrées sur les figures D.3 et D.2. Alors que les éprouvettes sollicitées en traction-traction subissent de l'endommagement progressif, qui provoque une diminution de la raideur globale, jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette, la ruine des éprouvettes sollicitées en traction-compression semble arriver

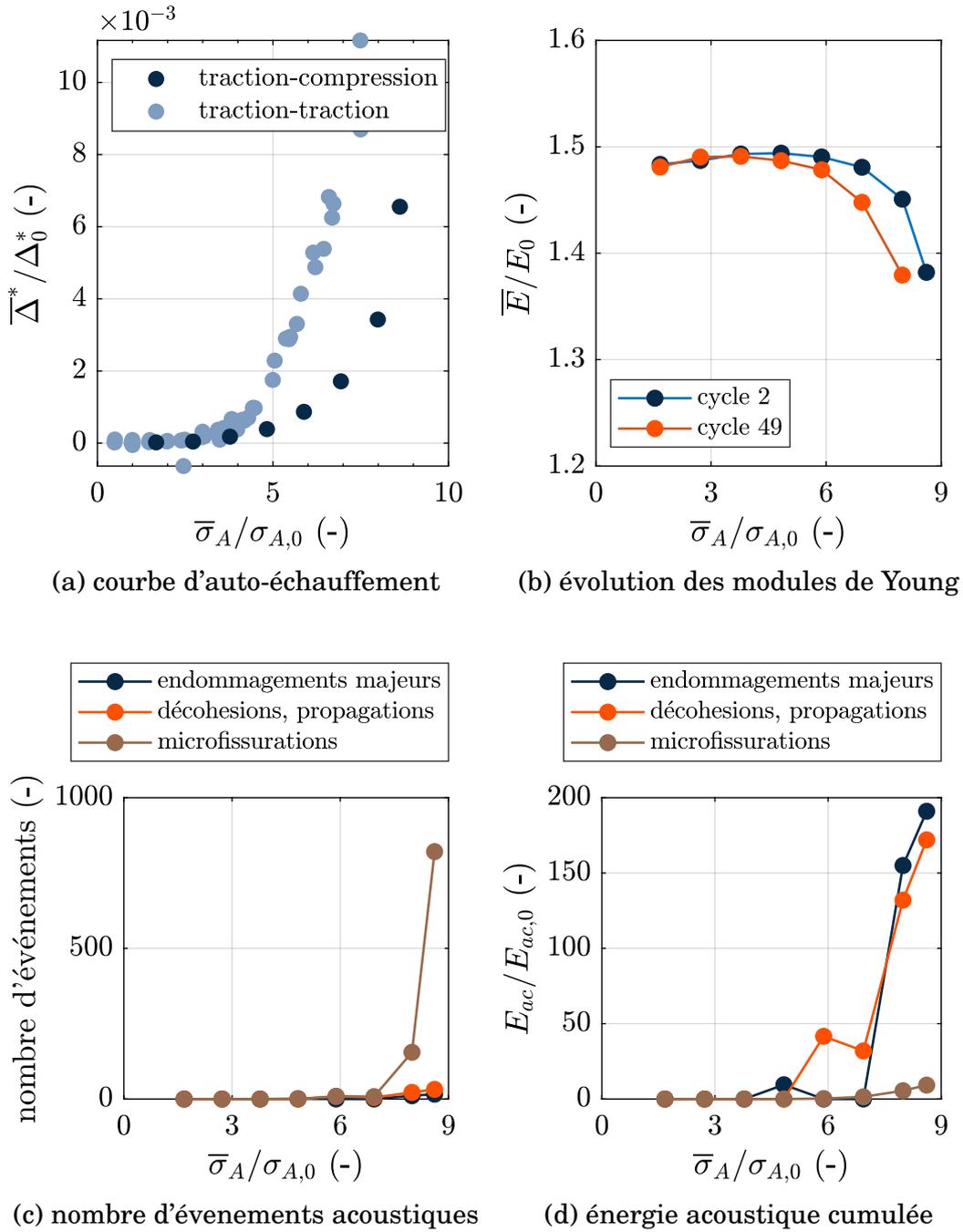


FIGURE D.1 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-02 sollicitée à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = -1$ .

relativement tôt après la détection des premiers endommagements majeurs. Cette différence pourrait être expliquée par un flambement local des torons rendu possible par des endommagements introduits dans le matériau. Ces flambements peuvent avoir un effet catastrophique sur la tenue de l'éprouvette pendant la phase de compression.



FIGURE D.2 – Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN03-TE90-07 rompue en traction-traction



FIGURE D.3 – Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE90-02 rompue en traction-compression

### D.1.2 Sens chaîne

#### D.1.2.1 Rapport de charge $R = 0.05$

Les résultats obtenus sur les éprouvettes 8C dans le sens chaîne se montrent relativement dispersés comme en témoigne la figure D.4a. Une partie non négligeable de cette dispersion, visible pour les amplitudes de contrainte inférieures à 5 MPa/MPa, est liée à la précision des mesures expérimentales. En effet, les variations de température pour ces niveaux de contrainte sont assez faibles par rapport au bruit de mesure, ce qui rend l'identification des valeurs d'énergie dissipée moins fiable. En outre, ce manque de précision expliquerait les valeurs d'énergie dissipée négatives, visible sur la figure D.4a. En ce qui concerne la dispersion prononcée pour des amplitudes supérieures à 5 MPa/MPa, celle-ci ne peut pas être attribuée à la précision des mesures car dans cette gamme, les variations de température deviennent significatives. Cette dispersion provient, d'une part, de l'utilisation d'un matériau générique et, d'autre part, elle semble être liée aux dimensions de la zone utile de ce type d'éprouvettes puisque celles-ci se montrent relativement petites par rapport à la taille du motif. De ce fait, la réponse mécanique ainsi que la signature thermique en résultant, sont dépendant de la position

de prélèvement de l'éprouvette. Cela expliquerait pourquoi cette dispersion se réduit avec les éprouvettes sens trame possédant une largeur plus importante (cf. figure D.4b).

Quant à l'allure des courbes d'auto-échauffement obtenues, elle ressemble à celle constatée dans le sens trame. L'accélération de la croissance de l'énergie dissipée est détectée autour de l'amplitude de contrainte de 7 MPa/MPa. Les éprouvettes prélevées dans le sens chaîne possèdent, grâce au ratio de fibres chaîne trame (55/45), une meilleure tenue mécanique. De ce fait, il n'est pas surprenant que, pour une amplitude de contrainte donnée, les éprouvettes prélevées dans le sens chaîne dissipent moins que celles prélevées dans le sens trame.

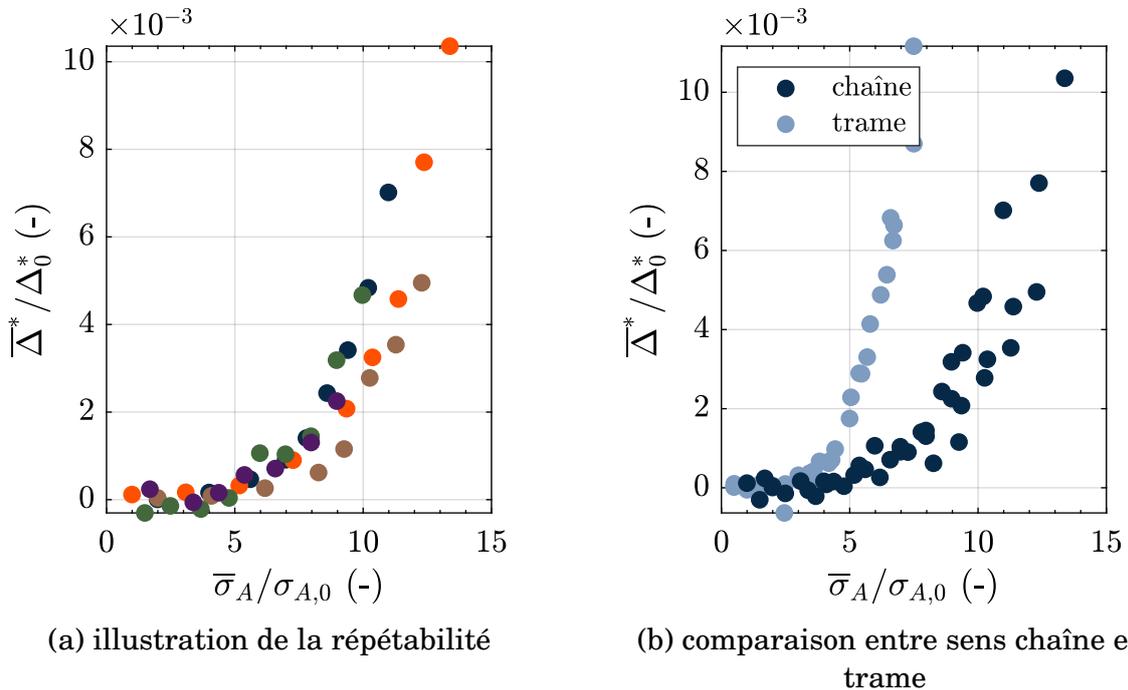
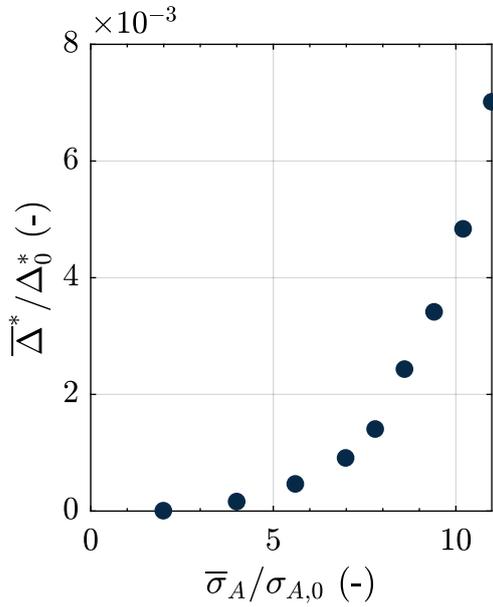


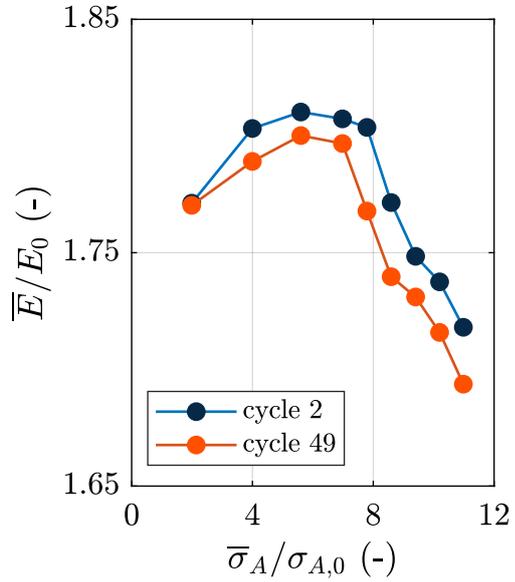
FIGURE D.4 – Courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche des éprouvettes 8C sens chaîne sollicitées à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

La figure D.5 résume l'ensemble des résultats obtenus à partir des données infrarouges, mécaniques et acoustiques. La chute de raideur commence à l'amplitude de contrainte de 8 MPa/MPa, valeur légèrement supérieure à l'amplitude de transition détectée sur la courbe d'auto-échauffement. Cette perte corrèle bien avec le pic exprimé par la classe « endommagement majeurs ». Globalement, l'activité acoustique culmine autour de cette valeur de 8 MPa/MPa et ensuite s'affaïsse lentement.

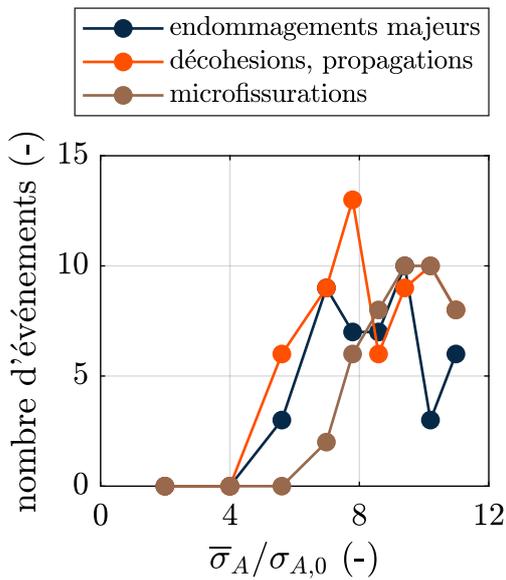
Bien que les éprouvettes sens chaîne ont une meilleure tenue mécanique et montrent une dispersion accrue, les résultats sont qualitativement similaires aux résultats obtenus dans le sens trame. Cela implique qu'il est possible de s'attendre aux mêmes mécanismes d'endommagement et de dissipation pour les deux types d'éprouvettes.



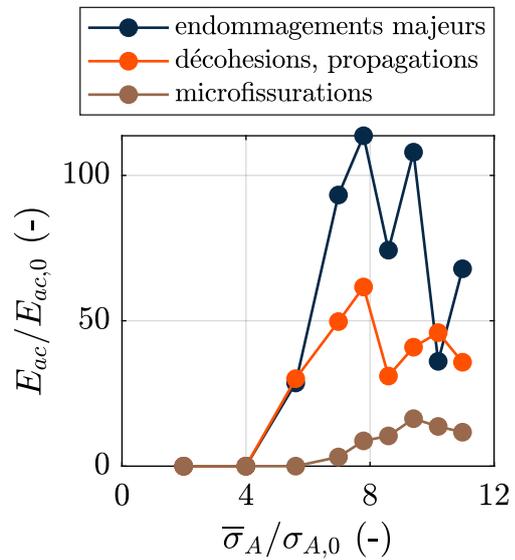
(a) courbe d'auto-échauffement



(b) évolution des modules de Young



(c) nombre d'événements acoustiques



(d) énergie acoustique cumulée

FIGURE D.5 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN02-TE0-01 sollicitée à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

### D.1.2.2 Rapport de charge $R = -1$

Les résultats obtenus pour le rapport de charge  $R = -1$  s'avèrent moins dispersés comme le montre la figure D.6a. La comparaison entre les résultats sens chaîne et sens trame confirme une meilleure tenue des éprouvettes sens chaîne (cf. figure D.6b).

Les résultats de l'essai d'auto-échauffement multi-instrumenté sont affichés sur la figure D.7. La courbe d'auto-échauffement, affichée sur la figure D.7a, s'avère régulière sans rupture de pente brutale. Cette régularité pourrait être expliquée par l'absence des endommagements indiquée par les figures D.7b, D.7c, D.7d. Le module de Young reste quasi constant, ce qui indique que la raideur initiale n'a pas évolué au cours de l'essai. Cela est, par ailleurs, confirmé par l'activité acoustique car les endommagements ont été détectés uniquement durant le dernier palier. La rupture suit immédiatement ces premiers endommagements. En effet, le dernier bloc de chargement a été mené jusqu'à la rupture et cette dernière a intervenu après 127 cycles mécaniques.

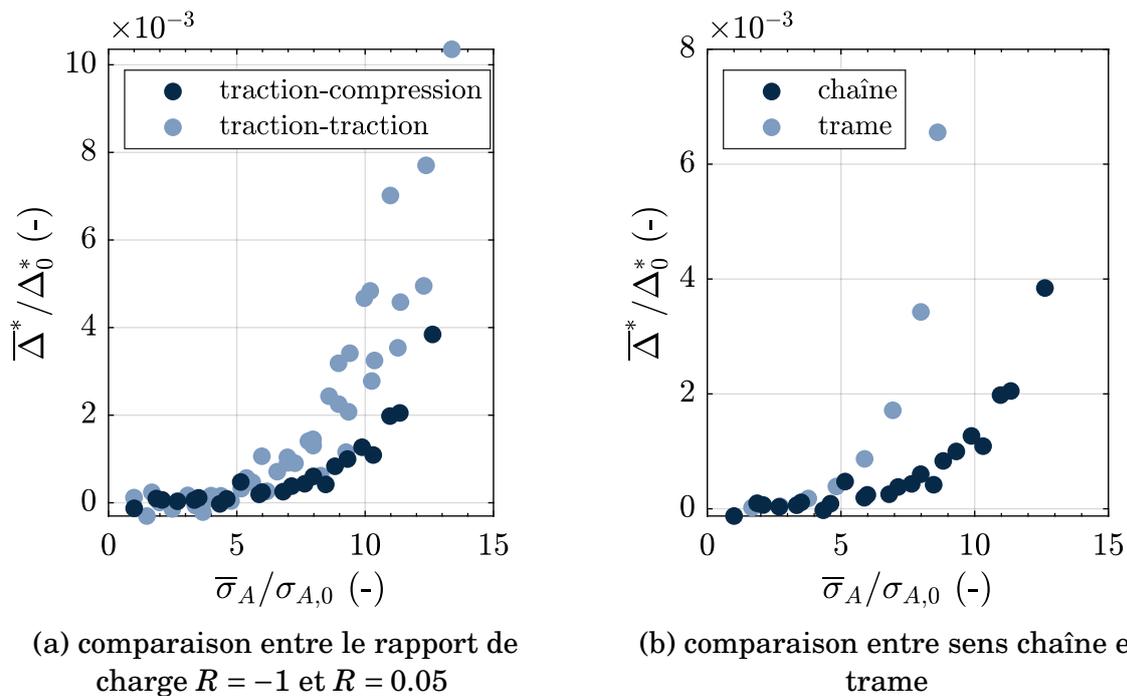
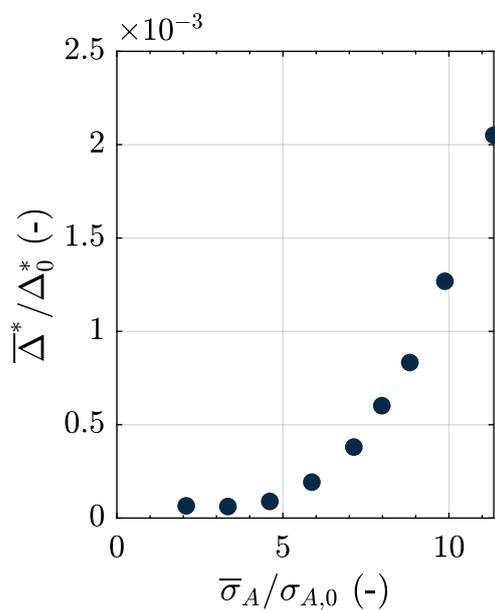
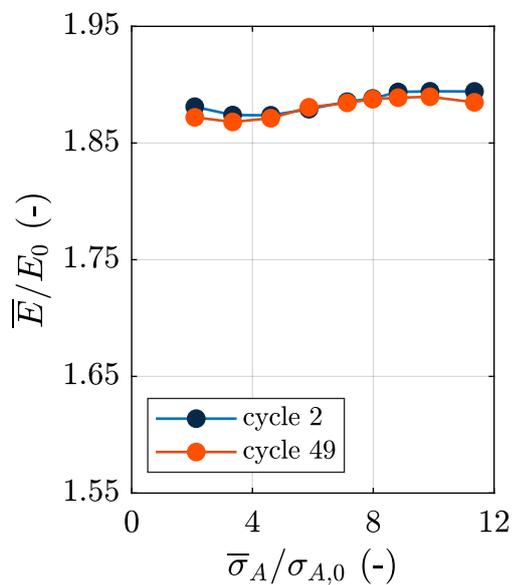


FIGURE D.6 – Courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche des éprouvettes 8C sens chaîne sollicitées à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = -1$ .

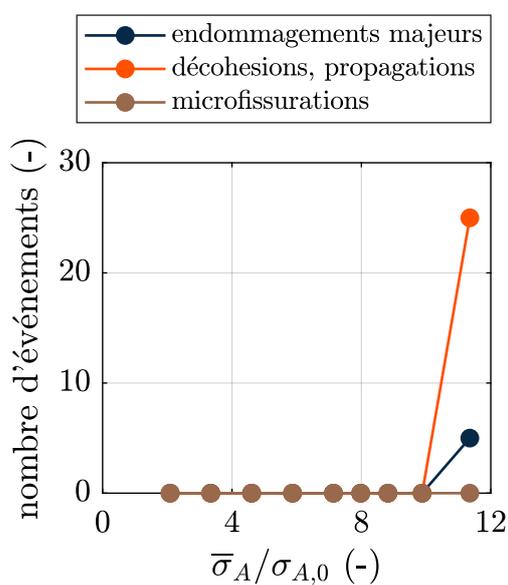
Les figures D.8 et D.9 illustrent les différences observées sur les éprouvettes rompues. De façon analogue au sens trame, l'éprouvette rompue en traction-traction montre un développement des endommagements progressif alors que la rupture de l'éprouvette sollicitée en traction-compression paraît être plus nette et bien localisée.



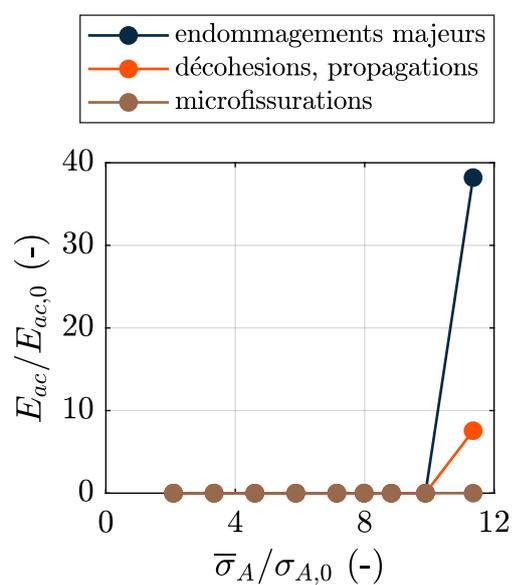
(a) courbe d'auto-échauffement



(b) évolution des modules de Young



(c) nombre d'événements acoustiques



(d) énergie acoustique cumulée

FIGURE D.7 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE0-07 sollicitée à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = -1$ .



FIGURE D.8 – Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN04-TE0-05 rompue en traction-traction



FIGURE D.9 – Photo de l'éprouvette 888-3D208-9-ASN05-TE0-03 rompue en traction-compression

## D.2 Éprouvettes 4C

Cette section présente les résultats obtenus sur les éprouvettes 4 couches. Il convient de préciser que l'architecture de ces éprouvettes a été investiguée de manière moins intensive que celle des éprouvettes 8 couches, rendant de ce fait l'interprétation des résultats plus difficile.

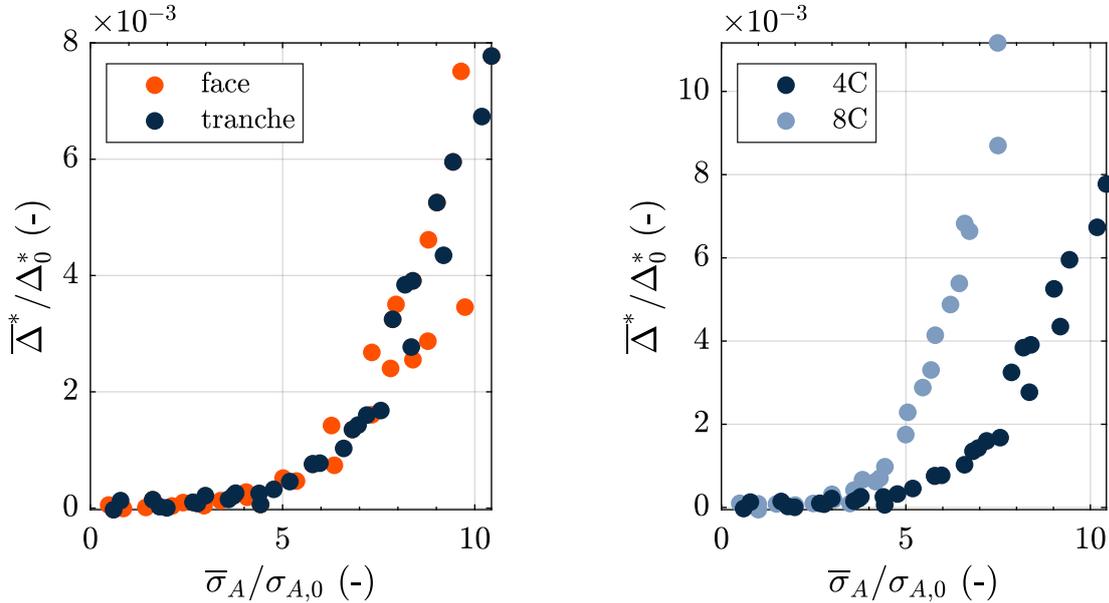
### D.2.1 Sens trame

#### D.2.1.1 Rapport de charge $R = 0.05$

La figure D.10a présente une comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur la tranche avec celles obtenues sur la face. Pour les amplitudes de contrainte inférieures à environ 6 MPa/MPa, les résultats se montrent complètement répétables. La dispersion augmente par la suite pour des amplitudes plus élevées. Cependant cette dispersion se retrouve sur l'ensemble des données et aucune tendance liée à un type d'observation n'est identifiée. Cela constitue un élément de validation important parce que ce type d'éprouvette possède un ratio largeur/épaisseur (21.5 mm/4 mm) particulièrement élevé qui pourrait rendre les observations de la tranche non-représentatives du volume étudié. Toutefois, les résultats présentés plaident pour que l'énergie dissipée moyenne soit considérée comme une caractéristique globale pertinente.

Une comparaison intéressante entre les éprouvettes 8 couches et 4 couches est présentée sur la figure D.10b. Cette dernière indique une énergie dissipée obtenue moindre dans le cas des éprouvettes 4 couches. Cette différence est cohérente avec la différence mesurée à partir des modules d'Young : 1.74 MPa/MPa évalué sur le plateau initial des éprouvettes 4 couches (cf. figure D.11b) contre 1.51 MPa/MPa évalué pour les éprouvettes 8 couches (cf. figure 3.31b). Ces observations pourraient facilement être expliquées par une comparaison des architectures des motifs de tissage. Néanmoins,

cela nécessiterait une description fine de l'armure 4C et celle-ci n'est pas disponible au moment de la rédaction de ce manuscrit.



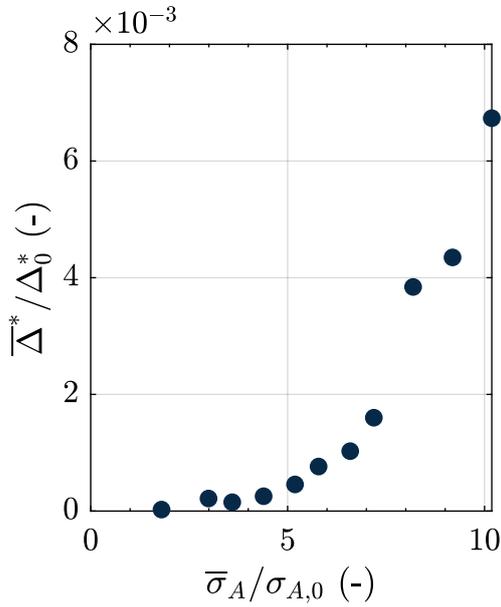
(a) comparaison entre les observations réalisées sur la tranche et sur la face

(b) comparaison entre les résultats obtenus à une fréquence de 2 Hz sur les éprouvettes trame 4C et trame 8C

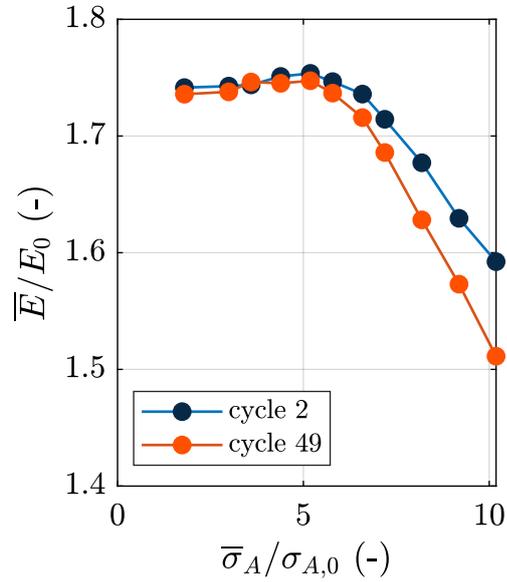
FIGURE D.10 – Courbes d'auto-échauffement obtenues des éprouvettes 4C sens chaîne sollicitées avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

La figure D.11 dresse un bilan des résultats de l'essai multi-instrumenté. Les tendances se montrent similaires à celles observées pour les autres configurations traction-traction. L'analyse de la courbe d'auto-échauffement, présentée sur la figure D.11a, nécessiterait la définition d'un critère objectif pour pouvoir établir la transition de régimes car celle-ci n'est pas facile à distinguer graphiquement. Elle pourrait être identifiée autour de 5 MPa/MPa où l'augmentation de l'énergie dissipée semble s'accélérer mais également dans l'intervalle entre 8 MPa/MPa et 10 MPa/MPa où l'évolution est plus masquée en raison d'un manque de points expérimentaux. Bien qu'une transition autour de 5 MPa/MPa paraisse plus probable vis-à-vis des résultats analysés précédemment, une conclusion définitive demanderait des essais supplémentaires.

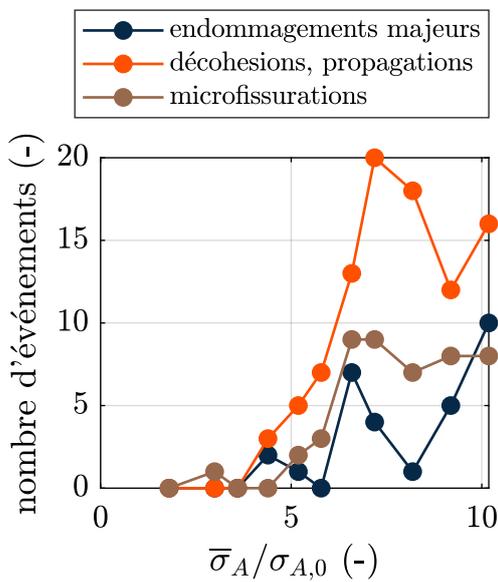
La perte de raideur (cf. figure D.11b) démarre à partir de l'amplitude de contrainte de 6.6 MPa/MPa et se poursuit jusqu'à la fin d'essai. L'activité acoustique (cf. figures D.11c et D.11d) domine pour les amplitudes supérieures à 5 MPa/MPa. Une particularité peut être remarquée lors du dernier bloc de chargement, qui ne manifeste pas une baisse de l'activité acoustique comme dans le cas des autres configurations traction-traction. Cependant sans disposer de résultats supplémentaires, il n'est pas possible de savoir si cet aspect est lié à l'architecture ou représente une anomalie liée à l'essai réalisé.



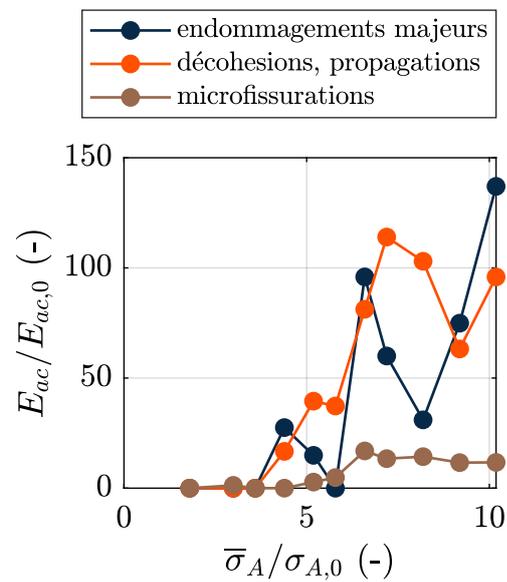
(a) courbe d'auto-échauffement



(b) évolution des modules de Young



(c) nombre d'événements acoustiques



(d) énergie acoustique cumulée

FIGURE D.11 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE90-06 sollicitée à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

## D.2.2 Sens chaîne

### D.2.2.1 Rapport de charge $R = 0.05$

La figure D.12 présente les résultats du dernier essai multi-instrumenté réalisé sur une éprouvette sens chaîne 4C. Pour cet essai, les données acquises par l'extensomètre sont malheureusement douteuses. De ce fait, les modules d'Young n'ont pas pu être calculés.

La figure D.12a montre la courbe d'auto-échauffement et la figure D.12b compare cette dernière avec les courbes obtenues dans le sens trame. L'allure de la courbe d'auto-échauffement est classique. La transition de régimes peut être détectée autour de 3.6 MPa/MPa, une valeur qui peut être considérée relativement basse. En outre, la comparaison entre sens chaîne et trame montre que la dissipation des éprouvettes découpées dans le sens trame est inférieure à celle évaluée pour des éprouvettes sens chaîne. Cette différence paraît surprenante parce que si le ratio de fibres chaîne trame est respecté aussi pour l'armure 4C, les éprouvettes prélevées dans la direction chaîne devraient avoir une meilleure tenue mécanique. Néanmoins, l'architecture précise n'étant pas connue, il n'est pas possible de fournir d'explications poussées.

Quant à l'activité acoustique, celle-ci montre deux pics distincts à 3.6 MPa/MPa et à 6 MPa/MPa. Il est donc raisonnable de s'attendre à un développement d'endommagements considérable pour ces amplitudes de contrainte.

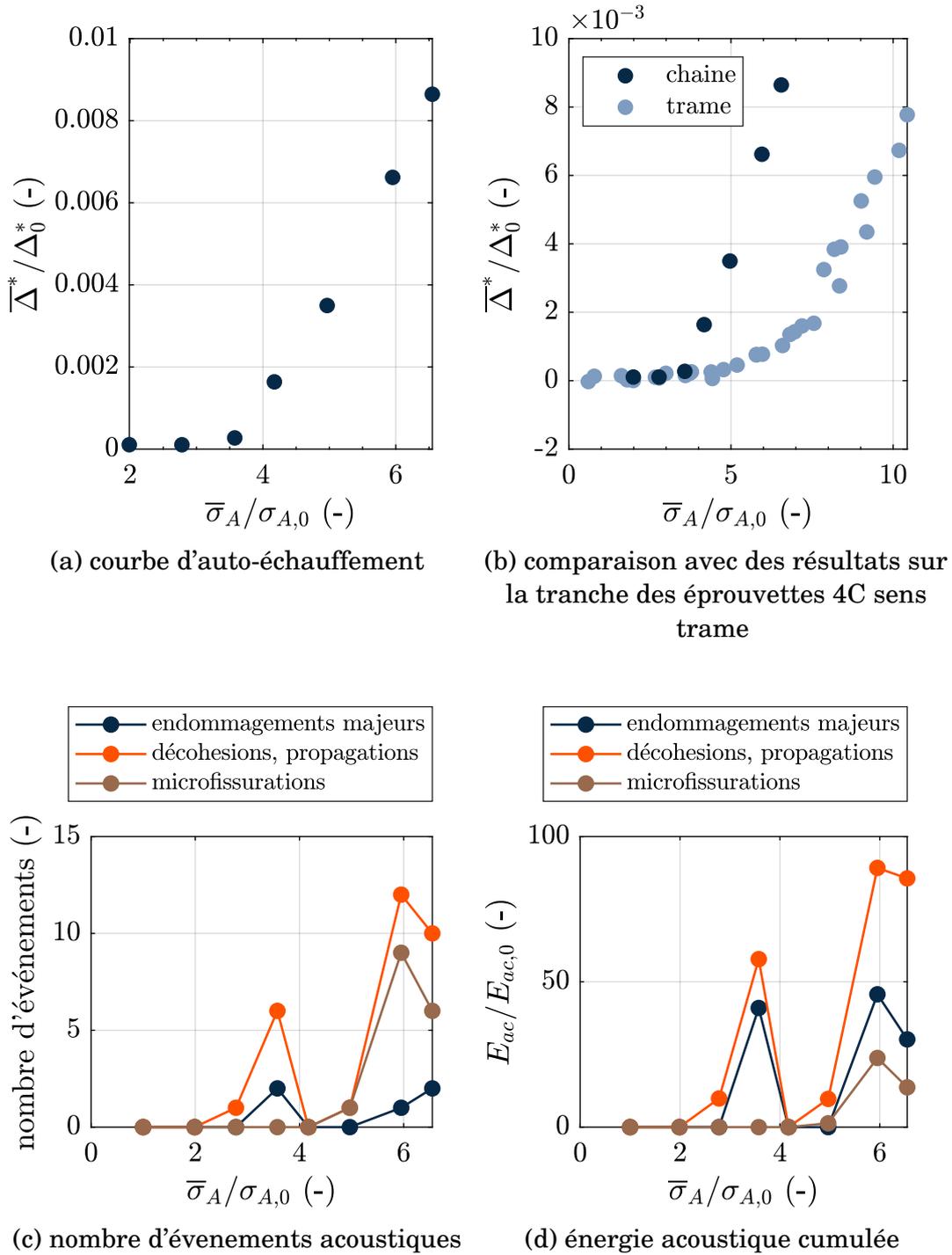


FIGURE D.12 – Résultats obtenus durant l'essai d'auto-échauffement effectué sur la tranche de l'éprouvette 888-3D204-9-BSN01-TE0-04 sollicitée à 2 Hz avec un rapport de charge  $R = 0.05$ .

## Bibliographie

- [1] Emmanuel DE LUYCKER. “Simulation et expérimentation en mise en forme de renforts composites 3D interlocks”. Thèse de doct. 2009.
- [2] William D. CALLISTER. *Science et génie des matériaux*. Sciences sup. Editions Modulo, 2001.
- [3] Joseph HENRY. “Etude et analyse des mécanismes d’endommagements en fatigue des composites à renforts tissés interlocks”. Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2013.
- [4] Lionel MARCIN. “Modélisation du comportement, de l’endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures”. Thèse de doct. Université Bordeaux 1, 2010.
- [5] Guillaume COUÉGNAT. “Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé”. Thèse de doct. Université Bordeaux 1, 2008.
- [6] Carole RAKOTOARISOA. “Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock”. Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2014.
- [7] Manh Hung HA. “Modélisation des architectures à renforcement tridimensionnel dans les structures composites”. Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2013.
- [8] Christiane EL-HAGE. “Modélisation du comportement élastique de matériaux composites à renfort tridimensionnel”. Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2006.
- [9] Christophe TEPHANY. “Analyse de la formabilité de renforts composites à base de fibres naturelles”. Thèse de doct. Université d’Orléans, 2014.
- [10] Adrian P. MOURITZ et al. “Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 30.12 (1999), p. 1445-1461.
- [11] Philip Edward IRVING et Constantinos SOUTIS. *Polymer Composites in the Aerospace Industry*. 2015.
- [12] Shen CHOU, Hong Chu CHEN et Chorng Cherng WU. “BMI resin composites reinforced with 3D carbon-fibre fabrics”. In : *Composites Science and Technology* 43.2 (1992), p. 117-128.

- 
- [13] Brian N. COX et Gerry FLANAGAN. "Handbook Composites of Analytical Methods for Textile". In : *NASA Contractor Report* March 1997 (1997), p. 176.
- [14] Emile GREENHALGH et Matthew HILEY. "The assessment of novel materials and processes for the impact tolerant design of stiffened composite aerospace structures". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 34.2 (2003), p. 151-161.
- [15] Niranjana K. NAIK, Yerramalli CHANDRA SEKHER et Sailendra MEDURI. "Damage in woven-fabric composites subjected to low-velocity impact". In : *Composites Science and Technology* 60.5 (2000), p. 731-744.
- [16] Brian N. COX, Mahyar S. DADKHAH et Winfred L. MORRIS. "On the tensile failure of 3D woven composites". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 27.6 (1996), p. 447-458.
- [17] Jared N. BAUCOM et Mohammed A. ZIKRY. "Low-velocity impact damage progression in woven E-glass composite systems". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 36.5 (2005), p. 658-664.
- [18] Antoine HURMANE. "Analyse par un dialogue essais/calculs de la tenue en compression de structures composites tissées interlocks". Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2015.
- [19] Julien SCHNEIDER. "Mécanismes d'endommagements dans les composites multicouches à renforts interlocks". Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2011.
- [20] Nicolas TABLEAU et al. "Multiaxial loading on a 3D woven carbon fiber reinforced plastic composite using tensile-torsion tests : Identification of the first damage envelope and associated damage mechanisms". In : *Composite Structures* 227. April (2019), p. 111305.
- [21] Theodoros HASIOTIS, Efstratios BADOGIANNIS et Nicolaos Georgios TSOUVALIS. "Application of ultrasonic C-scan techniques for tracing defects in laminated composite materials". In : *Journal of Mechanical Engineering* 57.3 (2009), p. 192-203.
- [22] Krystyna I. IMIELIŃSKA et al. "Air-coupled ultrasonic C-scan technique in impact response testing of carbon fibre and hybrid : Glass, carbon and Kevlar/epoxy composites". In : *Journal of Materials Processing Technology* 157-158 (2004), p. 513-522. ISSN : 09240136.
- [23] Teddy LISLE. "Analyse par thermographie infrarouge de l'endommagement des structures composites sous sollicitations quasi statiques". Thèse de doct. Université de Toulouse, 2014.
- [24] Vincent MAZARS et al. "Damage investigation and modeling of 3D woven ceramic matrix composites from X-ray tomography in-situ tensile tests". In : *Acta Materialia* 140 (2017), p. 130-139.

- [25] Bo YU et al. "2D and 3D imaging of fatigue failure mechanisms of 3D woven composites". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 77 (2015), p. 37-49.
- [26] Bo YU et al. "Evolution of damage during the fatigue of 3D woven glass-fibre reinforced composites subjected to tension-tension loading observed by time-lapse X-ray tomography". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 82 (2016), p. 279-290.
- [27] Zhixing LI et al. "In situ experimental investigation on the out-plane damage evolution of 3D woven carbon-fiber reinforced composites". In : *Composites Science and Technology* 162 (2018), p. 101-109.
- [28] Laura MULLER et al. "Experimental monitoring of the self-heating properties of thermoplastic composite materials". In : *Procedia Engineering* 213 (2018), p. 183-191.
- [29] Gabriele BAI. "Évaluation par vibrothermographie de l'endommagement de composites tissés". Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2016.
- [30] Walid HARIZI et al. "Utilisation de la résistance électrique pour la détermination rapide de la limite d'endurance des composites thermoplastiques en carbone/PPSU lors des essais d'auto-échauffement". In : *Compte Rendus des JNC* 21. 2019.
- [31] Carosena MEOLA, Simone BOCCARDI et Giovanni maria CARLOMAGNO. "Chapter 5 - Monitoring Load Events". In : *Infrared Thermography in the Evaluation of Aerospace Composite Materials*. Sous la dir. de Carosena MEOLA, Simone BOCCARDI et Giovanni maria CARLOMAGNO. Woodhead Publishing, 2017, p. 127-160.
- [32] Louis LEVEUF. "Caractérisation et modélisation du comportement mécanique et de la tenue en fatigue d'un composite thermoplastique à fibres de carbone courtes pour applications aéronautiques". Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2017.
- [33] Leonell SERRANO. "Caractérisation thermomécanique du comportement en fatigue des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes". Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2015.
- [34] Dan TURNER, Paul CROZIER et Phil REU. *Digital Image Correlation Engine, Version 00*. 2015. URL : <https://www.osti.gov/servlets/purl/1245432>.
- [35] AFNOR. *Norme NF A 09-350. Vocabulaire utilisé en émission acoustique*. Association française de normalisation, 1984.
- [36] James ROGET. "Émission acoustique". In : *Technique de l'ingénieur* (1990). URL : <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-mesures-mecaniques-et-dimensionnelles-tiard/archive-1/emission-acoustique-r3200/>.

- [37] Stéphane HUGUET. “Application de classificateurs aux données d’émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d’endommagement dans les composites à matrice polymère”. Thèse de doct. 2002, p. 152.
- [38] Renaud GUTKIN et al. “On acoustic emission for failure investigation in CFRP : Pattern recognition and peak frequency analyses”. In : *Mechanical Systems and Signal Processing* 25.4 (2011), p. 1393-1407.
- [39] S. BARRÉ et Malek L. BENZEGGAGH. “On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene”. In : *Composites Science and Technology* 52.3 (1994), p. 369-376.
- [40] Jean-Marie BERTHELOT. “Relation between Amplitudes and Rupture Mechanisms in Composite Materials”. In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 7.3 (1988), p. 284-299.
- [41] Gérard ROBLIN. “Microscopie optique”. In : *Techniques de l’Ingénieur* (1999). URL : <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/metrologie-optique-et-photonique-42143210/microscopie-optique-r6712/>.
- [42] Christian THIERY. “Tomographie rayons X”. In : *Technique de l’ingénieur* (2013). URL : <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/cnd-methodes-globales-et-volumiques-42585210/tomographie-a-rayons-x-p950/comparaison-avec-les-autres-methodes-de-cnd-p950v3niv10006.html>.
- [43] Jérôme HOSDEZ. “Fissuration par fatigue de fontes à graphite sphéroïdal et vermiculaire”. Thèse de doct. Centrale Lille, 2017.
- [44] Vincent LE SAUX et Cédric DOUDARD. “Proposition of a compensated pixelwise calibration for photonic infrared cameras and comparison to classic calibration procedures : Case of thermoelastic stress analysis”. In : *Infrared Physics and Technology* 80 (2017), p. 83-92.
- [45] Mark R. VANLANDINGHAM et al. “Nanoindentation of Polymers : An Overview”. In : *Macromolecular Symposia* 167 (2001), p. 15-43.
- [46] David T. MARX et Laura RIESTER. “Mechanical properties of carbon-carbon composite components determined using nanoindentation”. In : *Carbon* 37.11 (1999), p. 1679-1684.
- [47] Erik G. HERBERT, Warren C. OLIVER et George M. PHARR. “Nanoindentation and the dynamic characterization of viscoelastic solids”. In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 41.7 (2008).
- [48] Gregory M. ODEGARD, Thomas S. GATES et Helen M. HERRING. “Characterization of viscoelastic properties of polymeric materials through nanoindentation”. In : *Experimental Mechanics* 45.2 (2005), p. 130-136.

- [49] Pal Jen WEI et Jen Fin LIN. "Determination for elasticity and plasticity from time-dependent nanoindentations". In : *Materials Science and Engineering A* 496.1-2 (2008), p. 90-97.
- [50] NANOSCIENCE INSTRUMENTS. *Nanoindentation*. 2020. URL : <https://www.nanoscience.com/techniques/nanoindentation/> (visité le 07/09/2020).
- [51] Warren C. OLIVER et George M. PHARR. "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments". In : *Journal of Materials Research* 7.6 (1992), p. 1564-1583.
- [52] Atefeh KARIMZADEH et al. "Assessment of Nano-Indentation Method in Mechanical Characterization of Heterogeneous Nanocomposite Materials Using Experimental and Computational Approaches". In : *Scientific Reports* 9.1 (2019), p. 1-14.
- [53] Jean GRENET et Bernard LEGENDRE. "Analyse calorimétrique différentielle à balayage ( DSC )". In : *Techniques de l'ingénieur* 0 (2010). URL : <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/methodes-thermiques-d-analyse-42384210/analyse-calorimetrique-differentielle-a-balayage-dsc-p1205/>.
- [54] NETZSCH. *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*. URL : <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/us/industries-branches/methods/differential-scanning-calorimetry/> (visité le 15/10/2020).
- [55] P. H. BIGG. "Density of water in SI units over the range 0-40°C". In : *British Journal of Applied Physics* 18.4 (1967), p. 521-525.
- [56] T. J. RUDE et L. H. Jr. STRAIT. "Measurement of Fiber Density by Helium Pycnometry". In : *Journal of Composite Materials* 34.22 (2000).
- [57] Bin FEI. "2 - High-performance fibers for textiles". In : *Engineering of High-Performance Textiles*. Sous la dir. de Menghe MIAO et John H XIN. The Textile Institute Book Series. Woodhead Publishing, 2018, p. 27-58.
- [58] Muzaffer CIZMECIOGLU, Amitava GUPTA et Robert F. FEDORS. "Influence of cure conditions on glass transition temperature and density of an epoxy resin". In : *Polymeric Materials Science and Engineering, Proceedings of the ACS Division of Polymeric Material* 55 (1986), p. 903.
- [59] Judith MOOSBURGER-WILL et al. "Physical properties of partially cross-linked RTM6 epoxy resin". In : *16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014 August 2015* (2014).
- [60] Ronalde Vicente Joven PINEDA. "Characterization and modeling of shear stress during manufacturing and thermal properties of structural composite materials". In : January (2013), p. 99.

- [61] NETZSCH. *Precise Determination of the Specific Heat by Means of DSC*. URL : <https://www.netzsch-thermal-academy.com/en/e-learning/tips-tricks/precise-determination-of-the-specific-heat-by-means-of-dsc/> (visité le 02/11/2020).
- [62] NETZSCH. *Specific Heat Capacity (cp)*. URL : <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/contract-testing/glossary/specific-heat-capacity-cp/> (visité le 02/11/2020).
- [63] Joshua E. DAW. *Measurement of Specific Heat Capacity Using Differential Scanning Calorimeter*. November. 2008, p. 24.
- [64] Damien LECOINTE et al. "Experimental determination and modeling of thermal conductivity tensor of carbon/epoxy composite". In : *Key Engineering Materials* 504-506 (2012), p. 1091-1096.
- [65] Vanessa KWIATKOWSKI. *Identification des paramètres thermiques et caractérisation mécanique par nanoindentation d'un matériau composite 3D*. Rapp. tech. 2020.
- [66] Fiacre Djonkone SENGHOR. "Identification des propriétés anisotropes des matériaux complexes : application aux matériaux composites stratifié". Thèse de doct. Université Bretagne Loire, 2017.
- [67] Raimund ROLFES et Ulf HAMMERSCHMIDT. "Transverse thermal conductivity of CFRP laminates : A numerical and experimental validation of approximation formulae". In : *Composites Science and Technology* 54.1 (1995), p. 45-54.
- [68] Wilhel WEBER. "Über die spezifische Wärme fester Körper insbesondere der Metalle". In : *Annalen der Physik und Chemie* 96 (1830), p. 177-213.
- [69] William THOMSON. "On dynamical theory of heat". In : *Transactions of the Royal Society of Edinburgh* (1853), p. 261-283.
- [70] William N. SHARPE. *Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics*. Springer US, 2008. ISBN : 978-0-387-26883-5.
- [71] Paul GERMAIN, Quoc So NGUYEN et Pierre SUQUET. "Continuum thermodynamics". In : *Journal of Applied Mechanics, Transactions ASME* 50.4 (1983), p. 1010-1020.
- [72] Cédric DOUDARD et al. "Identification of heat source fields from infrared thermography : Determination of 'self-heating' in a dual-phase steel by using a dog bone sample". In : *Mechanics of Materials* 42.1 (2010), p. 55-62.
- [73] Rémi MUNIER et al. "Determination of high cycle fatigue properties of a wide range of steel sheet grades from self-heating measurements". In : *International Journal of Fatigue* 63 (2014), p. 46-61.
- [74] Vincent LE SAUX et al. "Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements". In : *International Journal of Fatigue* 32.10 (2010), p. 1582-1590.

- [75] Isaure MASQUELIER. "Influence de la formulation sur les propriétés en fatigue d'élastomères industriels". Thèse de doct. 2014.
- [76] Loïc JEGOU et al. "Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic". In : *International Journal of Fatigue* 47 (2013), p. 259-267.
- [77] Leonell SERRANO et al. "Fast prediction of the fatigue behavior of short-fiber-reinforced thermoplastics based on heat build-up measurements : application to heterogeneous cases". In : *Continuum Mechanics and Thermodynamics* 29 (2017), p. 1113-1133.
- [78] Louis LEVEUF et al. "Fast screening of the fatigue properties of thermoplastics reinforced with short carbon fibers based on thermal measurements". In : *Polymer Testing* 68 (2018), p. 19-26.
- [79] Thomas POTTIER et al. "Study on the use of motion compensation techniques to determine heat sources. Application to large deformations on cracked rubber specimens". In : *Experimental Mechanics* 49.4 (2009), p. 561-574.
- [80] André CHRYSOCHOOS et al. "Use of full-field digital image correlation and infrared thermography measurements for the thermomechanical analysis of material behaviour". In : *Strain* 46.1 (2010), p. 117-130.
- [81] André CHRYSOCHOOS et al. "Local energy analysis of high-cycle fatigue using digital image correlation and infrared thermography". In : *Journal of Strain Analysis for Engineering Design* 43.6 (2008), p. 411-421.
- [82] Laurence BODELOT et al. "Experimental setup for fully coupled kinematic and thermal measurements at the microstructure scale of an AISI 316L steel". In : *Materials Science and Engineering A* 501.1-2 (2009), p. 52-60.
- [83] Anne MAYNADIER et al. "One-shot Measurement of Thermal and Kinematic Fields : InfraRed Image Correlation (IRIC)". In : *Experimental Mechanics* 52.3 (2012), p. 241-255.
- [84] Takahide SAKAGAMI et al. "A new full-field motion compensation technique for infrared stress measurement using digital image correlation". In : *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design* 43.6 (2008), p. 539-549.
- [85] Ralf URBANEK et Jürgen BÄR. "Influence of motion compensation on lock-In thermographic investigations of fatigue crack propagation". In : *Engineering Fracture Mechanics* 183 (2017), p. 13-25.
- [86] Dirk PADFIELD. "Masked object registration in the Fourier domain". In : *IEEE Transactions on Image Processing* 21.5 (2012), p. 2706-2718.
- [87] Stéfan van der WALT et al. "scikit-image : image processing in Python". In : *PeerJ* 2 (2014), e453. URL : <https://doi.org/10.7717/peerj.453>.
- [88] Jean LEMAITRE et al. *Mécanique des matériaux solides*. 3ème. Dunod, 2009.
- [89] André CHRYSOCHOOS. "Thermomechanical analysis of the cyclic behavior of materials". In : *Procedia IUTAM* 4 (2012), p. 15-26.

- [90] André CHRYSOCHOOS et Hervé LOUCHE. “An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation”. In : *International Journal Of Engineering Science* 38 (2000).
- [91] Rémi MUNIER. “Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l’auto-échauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d’une pré-déformation plastique”. Thèse de doct. 2012.
- [92] Cédric DOUDARD. “Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d’essais d’échauffement”. Thèse de doct. 2004.
- [93] Loïc JÉGOU. “Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d’un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile”. Thèse de doct. 2012.
- [94] Bruno BERTHEL. “Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers”. Thèse de doct. Université Montellier II, 2007.
- [95] Bruno BERTHEL et al. “Thermographic analysis of fatigue dissipation properties of steel sheets”. In : *Strain* 43.3 (2007), p. 273-279.
- [96] Thomas BOULANGER et al. “Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels”. In : *International Journal of Fatigue* 26 (2004), p. 221-229.
- [97] Thomas GLANOWSKI et al. “Proposition of an uncoupled approach for the identification of cyclic heat sources from temperature fields in the presence of large strains”. In : *Continuum Mechanics and Thermodynamics* 29.5 (2017), p. 1163-1179.
- [98] Takahide SAKAGAMI et al. “Identification of plastic-zone based on double frequency lock-in thermographic temperature measurement”. In : *11th International Conference on Fracture 2005, ICF11* 5 (2005), p. 3751-3756.
- [99] André CHRYSOCHOOS. “Infrared thermography applied to the analysis of material behavior : A brief overview”. In : *Quantitative InfraRed Thermography Journal* 9.2 (2012), p. 193-208.
- [100] Valerian HIRSCHBERG, Manfred WILHELM et Denis RODRIGUE. “Combining mechanical and thermal surface Fourier transform analysis to follow the dynamic fatigue behavior of polymers”. In : *Polymer Testing* (2021).
- [101] Libor NAVRÁTIL et al. “Infrared image processing to guide the identification of damage and dissipative mechanisms in layer-to-layer woven composites”. In : *article soumis à publication* (2022).
- [102] Leo GRADY. “Random walks for image segmentation”. In : *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 28.11 (2006), p. 1768-1783.
- [103] Yann MARCO et al. “Dissipation analysis in SFRP structural samples : Thermo-mechanical analysis and comparison to numerical simulations”. In : *International Journal of Fatigue* 67 (2014), p. 142-150.

- [104] Vincent ROUÉ. *Caractérisation thermomécanique en fatigue d'un composite tissé 3D pour applications aéronautiques*. Rapp. tech. 2016.
- [105] Vincent ROUÉ. *Caractérisation en fatigue par auto-échauffement et proposition d'un critère énergétique pour deux matériaux tissés 3D*. Rapp. tech. 2016.
- [106] MISTRAS. *Digital Signal Processing with AEwin, USER'S MANUAL*. Rapp. tech. April. 2007, p. 1-312.
- [107] Libor NAVRÁTIL et al. "Understanding the damage mechanisms in 3D layer-to-layer woven composites from thermal and acoustic measurements". In : *article soumis à publication* (2022).
- [108] Myriam KAMINSKI et al. "Fatigue Damage Modeling of Composite Structures : the ONERA Viewpoint". In : (2015).
- [109] Carole RAKOTOARISOA et al. "Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock". In : (2011).
- [110] Stepan V. LOMOV et al. "Textile geometry preprocessor for meso-mechanical models of woven composites". In : *Composites Science and Technology* 60.11 (2000), p. 2083-2095. ISSN : 02663538.
- [111] Stepan V. LOMOV et al. "Meso-FE modelling of textile composites : Road map, data flow and algorithms". In : *Composites Science and Technology* 67.9 (2007), p. 1870-1891. ISSN : 02663538.
- [112] L. Y. LI, Pihua H. WEN et M. H. ALIABADI. "Meshfree modeling and homogenization of 3D orthogonal woven composites". In : *Composites Science and Technology* 71.15 (2011), p. 1777-1788.
- [113] E. POTTER et al. "Mesh generation and geometrical modelling of 3D woven composites with variable tow cross-sections". In : *Computational Materials Science* 51.1 (2012), p. 103-111.
- [114] Jakob GAGER et Heinz E. PETTERMANN. "Numerical homogenization of textile composites based on shell element discretization". In : *Composites Science and Technology* 72.7 (2012), p. 806-812.
- [115] Yang CHEN et al. "Fast Fourier transform solver for damage modeling of composite materials". In : *JMST Advances* 1.1-2 (2019), p. 49-55.
- [116] Nelson V. DE CARVALHO, Silvestre T. PINHO et Paul ROBINSON. "Numerical modelling of woven composites : Biaxial loading". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 43.8 (2012), p. 1326-1337.
- [117] Ala TABIEI et Yiwei JIANG. "Woven fabric composite material model with material nonlinearity for nonlinear finite element simulation". In : *International Journal of Solids and Structures* 36.18 (1999), p. 2757-2771.
- [118] Qi ZHU et al. "Three-dimensional viscoelastic simulation of woven composite substrates for multilayer circuit boards". In : *Composites Science and Technology* 63.13 (2003), p. 1971-1983. ISSN : 02663538.

- [119] Fredrik STIG et Stefan HALLSTRÖM. “A modelling framework for composites containing 3D reinforcement”. In : *Composite Structures* 94.9 (2012), p. 2895-2901.
- [120] Gaël GRAIL et al. “Consistent Finite Element mesh generation for meso-scale modeling of textile composites with preformed and compacted reinforcements”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 55 (2013), p. 143-151.
- [121] Hyung Joo KIM et Colby C. SWAN. “Voxel-based meshing and unit-cell analysis of textile composites”. In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 56.7 (2003), p. 977-1006.
- [122] Brian N. COX et Mahyar S. DADKHAH. “The Macroscopic Elasticity of 3D Woven Composites”. In : *Journal of Composite Materials* 29.6 (1995), p. 785-819.
- [123] Clinton CHAPMAN et John WHITCOMB. “Effect of assumed tow architecture on predicted moduli and stresses in plain weave composites”. In : *Journal of Composite Materials* 29.16 (1995), p. 2134-2159.
- [124] Nelson V. DE CARVALHO, Silvestre T. PINHO et Paul ROBINSON. “Reducing the domain in the mechanical analysis of periodic structures, with application to woven composites”. In : *Composites Science and Technology* 71.7 (2011), p. 969-979.
- [125] Aurélien DOITRAND et al. “Comparison between voxel and consistent meso-scale models of woven composites”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 73 (2015), p. 143-154.
- [126] Julien SCHNEIDER et al. “A meso-FE voxel model of an interlock woven composite”. In : *ICCM International Conferences on Composite Materials Dic* (2009).
- [127] Yang LIU et al. “Prediction of linear and non-linear behavior of 3D woven composite using mesoscopic voxel models reconstructed from X-ray micro-tomography”. In : *Composite Structures* 179 (2017), p. 568-579.
- [128] Ilya STRAUMIT, Stepan V. LOMOV et Martine WEVERS. “Quantification of the internal structure and automatic generation of voxel models of textile composites from X-ray computed tomography data”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 69 (2015), p. 150-158.
- [129] Ignaas VERPOEST et Stepan V. LOMOV. “Virtual textile composites software WiseTex : Integration with micro-mechanical, permeability and structural analysis”. In : *Composites Science and Technology* 65.15-16 SPEC. ISS. (2005), p. 2563-2574.
- [130] Pierre BADEL, Emmanuelle VIDAL-SALLÉ et Philippe BOISSE. “Computational determination of in-plane shear mechanical behaviour of textile composite reinforcements”. In : *Computational Materials Science* 40.4 (2007), p. 439-448. ISSN : 09270256.
- [131] Xiaodong TANG et John D. WHITCOMB. “General Techniques for Exploiting Periodicity and Symmetries in Micromechanics Analysis of Textile Composites”. In : *Journal of Composite Materials* 37.13 (2003), p. 1167-1189.

- [132] John D. WHITCOMB, Clinton D. CHAPMAN et Xiaodong TANG. "Derivation of Boundary Conditions for Micromechanics Analyses of Plain and Satin Weave Composites". In : *Journal of Composite Materials* 34.09 (2000), p. 724-747.
- [133] Pericles S. THEOCARIS. "Viscoelastic properties of epoxy resins derived from creep and relaxation tests at different temperatures". In : *Rheologica Acta* 2.2 (1962), p. 92-96. ISSN : 00354511.
- [134] Stefano PANDINI et Alessandro PEGORETTI. "Time, Temperature, and Strain Effects on Viscoelastic Poisson's Ratio of Epoxy Resins". In : *Polymer Engineering and Science* 48.7 (2008), p. 1434-1441.
- [135] Ori ISHAI. "Delayed yielding of epoxy resin. II. Behavior under constant stress". In : *Journal of Applied Polymer Science* 11.10 (1967), p. 1863-1880. ISSN : 10974628.
- [136] Salim YAMINI et Robert J. YOUNG. "The mechanical properties of epoxy resins". In : *Journal of Materials Science* 15.7 (1980), p. 1814-1822. ISSN : 0022-2461.
- [137] S. YAMINI et R. J. YOUNG. "Stability of crack propagation in epoxy resins". In : *Polymer* 18.10 (1977), p. 1075-1080.
- [138] R. A. GLEDHILL et al. "Relationship between mechanical properties of and crack propagation in epoxy resin adhesives". In : *Polymer* 19.5 (1978), p. 574-582. ISSN : 00323861.
- [139] Salim YAMINI et Robert J. YOUNG. "Crack propagation in and fractography of epoxy resins". In : *Journal of Materials Science* 14.7 (1979), p. 1609-1618. ISSN : 00222461.
- [140] Daniel J. O'BRIEN, Patrick T. MATHER et Scott R. WHITE. "Viscoelastic properties of an epoxy resin during cure". In : *Journal of Composite Materials* 35.10 (2001), p. 883-904. ISSN : 00219983.
- [141] Yeong K. KIM et Scott R. WHITE. "Stress relaxation behavior of 3501-6 epoxy resin during cure". In : *Polymer Engineering and Science* 36.23 (1996), p. 2852-2862. ISSN : 00323888.
- [142] Katsuhito SUZUKI, Yasushi MIYANO et Takeshi KUNIO. "Change of viscoelastic property of epoxy resin in curing process". In : *Kobunshi Ronbunshu* 33.5 (1976), p. 271-278.
- [143] Antoine LAUNAY. "Thermoplastiques renforcés en fibres de verre courtes : comportement cyclique, fatigue et durée de vie". Thèse de doct. Ecole Polytechnique X, 2011.
- [144] Michael KALISKE et Heinrich ROTHERT. "Formulation and implementation of three-dimensional viscoelasticity at small and finite strains". In : *Computational Mechanics* 19.3 (1997), p. 228-239. ISSN : 01787675.
- [145] Nicholas W. TSCHOEGL, Wolfgang G. KNAUSS et Igor EMRI. "Poisson's ratio in linear viscoelasticity - a critical review". In : *Mechanics Time-Dependent Materials* 6.1 (2002), p. 3-51. ISSN : 13852000.

- [146] Daniel J. O'BRIEN, Nancy R. SOTTOS et Scott R. WHITE. "Cure-dependent Viscoelastic Poisson's Ratio of Epoxy". In : *Experimental Mechanics* 47 (2007), p. 237-249.
- [147] Annetta SMITH, Steven J. WILKINSON et William N. REYNOLDS. "The elastic constants of some epoxy resins". In : *Journal of Materials Science* 9.4 (1974), p. 547-550. ISSN : 15734803.
- [148] Sibin SASEENDRAN, Maciej WYSOCKI et Janis VARNA. "Cure-state dependent viscoelastic Poisson's ratio of LY5052 epoxy resin". In : *Advanced Manufacturing : Polymer and Composites Science* 3.3 (2017), p. 92-100.
- [149] U. ESCHER. "Thermal expansion of epoxy resins with different cross-link densities at low temperatures". In : *Cryogenics* 35.11 (1995), p. 775-778. ISSN : 00112275.
- [150] SETARAM. *Glass transition and thermal expansion coefficient of epoxy resin*. URL : <https://setaramsolutions.com/app/uploads/sites/2/2020/09/AN343-Glass-transition-and-thermal-expansion-coefficient-of-epoxy-resin.pdf> (visité le 03/03/2021).
- [151] BESTECH. *Thermal Coefficients of Expansion*. URL : <https://www.bestech.com.au/wp-content/uploads/Thermal-Coefficients-of-Expansion.pdf> (visité le 03/03/2021).
- [152] Martin HIRSEKORN, Lionel MARCIN et Thierry GODON. "Multi-scale modeling of the viscoelastic behavior of 3D woven composites". In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 112.May (2018), p. 539-548.
- [153] Richard A. SCHAPERY. "On the characterization of Nonlinear Viscoelastic Materials". In : *Polymer Engineering and Science* 9.4 (1969), p. 295-310.
- [154] Trevor MORI et Kohichi TANAKA. "Average Stress in Matrix and Average Elastic Energy of Materials with Misfitting Inclusions". In : *Acta Metallurgica* 21 (1973), p. 571-574.
- [155] Toshio MURA. *Micromechanics of Defects in Solids*. 2<sup>e</sup> éd. Springer, Dordrecht, 1987. ISBN : 9789024732562.
- [156] Gaëtan HELLO, Julien SCHNEIDER et Zoheir ABOURA. "Numerical simulations of woven composite materials with voxel-FE models". In : *16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014* June (2014), p. 22-26.
- [157] Richard A. SCHAPERY. "Thermal Expansion Coefficients of Composite Materials Based on Energy Principles". In : *Composite Materials* 2.3 (1968), p. 380-404. ISSN : 00353930.
- [158] Kevin T. O'BRIEN et Kenneth L. REIFSNIDER. "Fatigue Damage Evaluation through Stiffness Measurements in Boron-Epoxy Laminates". In : *Journal of Composite Materials* 15.1 (1981), p. 55-70.
- [159] Wayne W. STINCHCOMB, Kenneth L. REIFSNIDER et R. Stanley WILLIAMS. "Critical Factors for Frequency-Dependent Fatigue Processes in Fibrous Composite Materials." In : (1975), p. 343-348.

- [160] Horace A. WHITWORTH. "Evaluation of the residual strength degradation in composite laminates under fatigue loading". In : *Composite Structures* 48.4 (2000), p. 261-264.
- [161] Yi Qiuang DING et al. "Comparison of the fatigue behaviour of 2-D and 3-D woven fabric reinforced composites". In : *Journal of Materials Processing Tech.* 55.3-4 (1995), p. 171-177. ISSN : 09240136.
- [162] Niranjana K. NAIK. "10 - Woven-fibre thermoset composites". In : *Fatigue in Composites*. Sous la dir. de Bryan HARRIS. Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. Woodhead Publishing, 2003, p. 296-313.
- [163] Francis H CHANG et al. "Real-Time Characterization of Damage Growth in Graphite/Epoxy Laminates". In : *Journal of Composite Materials* 10.3 (1976), p. 182-192.
- [164] S. Mark SPEARING et Peter W.R. BEAUMONT. "Fatigue damage mechanics of composite materials. I : Experimental measurement of damage and post-fatigue properties". In : *Composites Science and Technology* 44.2 (1992), p. 159-168.
- [165] Ramesh TALREJA. "Fatigue of Composite Materials : Damage Mechanisms and Fatigue-Life Diagrams". In : *Proceedings of The Royal Society of London, Series A : Mathematical and Physical Sciences* 378.1775 (1981), p. 461-475.
- [166] Kenneth L. REIFSNIDER. "Chapter 2 - Damage and Damage Mechanics". In : *Fatigue of Composite Materials*. Sous la dir. de K L REIFSNIDER. T. 4. Composite Materials Series. Elsevier, 1991, p. 11-77.
- [167] H. P. CHEN et B. Z. JANG. "Failure Mechanisms of 2-D and 3-D Woven Fiber Reinforced Polymer Composites". In : *Polymer Composites* 16.2 (1995), p. 125-134.
- [168] Nelson V. DE CARVALHO, Silvestre T. PINHO et Paul ROBINSON. "An experimental study of failure initiation and propagation in 2D woven composites under compression". In : *Composites Science and Technology* 71.10 (2011), p. 1316-1325.
- [169] Toru FUJII, Sadao AMIJIMA et Kazuya OKUBO. "Microscopic fatigue processes in a plain-weave glass-fibre composite". In : *Composites Science and Technology* 49.4 (1993), p. 327-333.
- [170] Adrian P. MOURITZ. "Tensile fatigue properties of 3D composites with through-thickness reinforcement". In : *Composites Science and Technology* 68.12 (2008), p. 2503-2510.
- [171] Kenichi TAKEMURA et Toruj FUJII. "Fatigue Damage and Fracture of Carbon Fabric/Epoxy Composites under Tension-Tension Loading". In : *JSME International Journal* 37.4 (1994), p. 472-480.
- [172] Kun Hsieh TSAI, Changhsuan CHIU et T. H. WU. "Fatigue behavior of 3D multi-layer angle interlock woven composite plates". In : *Composites Science and Technology* 60.2 (2000), p. 241-248.
- [173] G. P. SENDECKYJ. "Fitting Models to Composite Materials Fatigue Data". In : *Test Methods and Design Allowables for Fibrous Composites* (1981), p. 245-260.

- 
- [174] Giancarlo CAPRINO. "Predicting Fatigue Life of Composite Laminates". In : *Journal of Composite Materials* 34.16 (2000), p. 1334-1355.
- [175] Ho-Sung KIM et Jianping ZHANG. "Fatigue damage and life prediction of glass/vinyl ester composites". In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 20.10 (2001), p. 834-848.
- [176] August WOHLER. "Versuche uber die Festigkeit der Eisenbahnwagenachsen". In : *Zeitschrift für Bauwesen* (1860).
- [177] O.H. BASQUIN. "The exponential law of endurance tests". In : *Proceedings of ASTM* 10.2 (1910), p. 625-630.
- [178] C.E. STROMEYER. "The determination of Fatigue Limits under Alternating Stress Conditions". In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A* 90.620 (1914), p. 411-425.
- [179] Lise ANGRAND. "Modèle d'endommagement incrémental en temps pour la prévision de la durée de vie des composites tissés 3D en fatigue cyclique et en fatigue aléatoire". Thèse de doct. 2016.
- [180] Jitendra S. TATE et Ajit D. KELKAR. "Stiffness degradation model for biaxial braided composites under fatigue loading". In : *Composites Part B : Engineering* 39.3 (2008), p. 548-555.
- [181] Yann MARCO et al. "Fast prediction of the Wöhler curve from thermal measurements for a wide range of NR and SBR compounds". In : *Rubber Chemistry and Technology* 90 (2016), p. 487-507.
- [182] Yann MARCO et al. "Prediction of fatigue properties of natural rubber based on the descriptions of the cracks population and of the dissipated energy". In : *Polymer Testing* 59 (2017), p. 67-74.
- [183] Vincent LE SAUX. "Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique : de la caractérisation accélérée au calcul de structure". Thèse de doct. Thèse de doctorat, 2010.







---

**Titre :** Apports de l'imagerie qualitative infrarouge pour la caractérisation thermomécanique et le dimensionnement en fatigue de composites tissés 3D

**Mot clés :** composite tissé, comportement thermomécanique, fatigue, auto-échauffement

**Résumé :** Les travaux de cette thèse portent sur la caractérisation thermomécanique et le dimensionnement en fatigue d'un composite tissé 3D qui est fabriqué par le groupe Safran à des fins de recherche. La caractérisation expérimentale repose principalement sur des analyses des mesures infrarouges. Les protocoles expérimentaux, utilisés pour la génération des bases de données expérimentales, se basent sur le protocole d'auto-échauffement, qui cherche à relier les variations de température mesurées sous chargements cycliques aux différentes sources thermiques. Pour exploiter au mieux les données expérimentales obtenues, plusieurs outils de post-traitement, permettant de mettre en évidence les mécanismes caractéristiques

aux composites tissés, ont été mis en place (détection des événements thermiques, génération des cartographies des amplitudes à  $2 \times f$ , ...). Cette caractérisation expérimentale est complétée par des comparaisons issues d'un dialogue essai/calculs. Ce dernier représente une complémentarité aux mesures expérimentales, notamment, parce qu'il permet d'identifier les mécanismes dissipatifs activés sous chargements cycliques relativement faibles. En s'appuyant sur la description des mécanismes dissipatifs, une méthode de caractérisation rapide en fatigue, qui cherche à identifier un critère de dimensionnement à partir des résultats des essais de traction et d'auto-échauffement, a été proposée.

---

**Title:** Infrared imaging contributions to the thermomechanical characterisation and design against fatigue of 3D woven composites

**Keywords:** woven composites, thermomechanical behaviour, fatigue, heat build-up

**Abstract:** This work focuses on the thermomechanical characterisation and design against fatigue of a woven composite that is produced for research purposes by the Safran Group. The experimental characterisation is based mainly on the analyses of infrared measurements. The experimental protocols, used for generating the experimental database, are based on the heat build-up protocol, which seeks to relate the temperature variations measured under cyclic loadings to different heat sources. In order to fully exploit the experimental data, different post-processing tools that enable to highlight mech-

anisms characteristic to woven composites were developed (thermal event detection, frequency analyses, ...). This experimental characterisation is then complemented by results coming from simulation/experiment comparisons. The latter enable to identify dissipative mechanisms activated under relatively low cyclic loadings. Furthermore, this dissipative mechanism description was used to introduce a rapid fatigue characterisation method that identifies an S-N curve model based on the results of tensile tests and heat build-up experiments.