



Caractérisation et modélisation du comportement mécanique et de la tenue en fatigue d'un composite thermoplastique à fibres de carbone courtes pour applications aéronautiques

Louis Leveuf

► To cite this version:

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. Matériaux. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2017. Français. NNT : 2017BRES0123 . tel-03934615

HAL Id: tel-03934615

<https://theses.hal.science/tel-03934615>

Submitted on 11 Jan 2023

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

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



université de bretagne
occidentale

UNIVERSITE
BRETAGNE
LOIRE

THÈSE / UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour obtenir le titre de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE
Mention : Science pour l'ingénieur
École Doctorale des Sciences pour l'Ingénieur

présentée par

Louis LEVEUF

Préparée à l'IRD
Institut de Recherche Dupuy de Lôme

Caractérisation et modélisation du
comportement mécanique et de la
tenue en fatigue d'un composite
thermoplastique à fibres de carbone
courtes pour applications
aéronautiques.

Soutenue le : 7 décembre 2017
Devant le jury composé de :

Sylvie CASTAGNET - Présidente
Directrice de Recherche CNRS - Institut PPRIME

Stéphane ANDRÉ - Rapporteur
Professeur des Universités - LEMTA

Habibou MAITOURNAM - Rapporteur
Professeur des Universités - IMSIA/UME

Ida RAOULT - Examinatrice
Docteur - PSA

René BILLARDON - Examineur
Professeur des Universités - Safran Landing Systems VEL

Thomas BONNEMAIS - Examineur
Maître de Conférences - IRDL FRE CNRS 3744, IUT de Brest

Yann MARCO - Directeur de thèse
Maître de Conférences (HDR) - IRDL FRE CNRS 3744, ENSTA Bretagne

Vincent LE SAUX - Encadrant
Maître de Conférences - IRDL FRE CNRS 3744, ENSTA Bretagne

Sylvain LECLERCQ - Invité
Docteur - Safran Landing Systems VEL

Jérôme OLHAGARAY - Invité
Docteur - Safran Composites

Thèse de Doctorat
de

I'Université de Bretagne Occidentale

Spécialité :

Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par :

Louis Leveuf

Pour obtenir le grade de :

Docteur de l'université de Bretagne Occidentale

**Caractérisation et modélisation du comportement
mécanique et de la tenue en fatigue d'un composite
thermoplastique à fibres de carbone courtes pour
applications aéronautiques.**

Préparée à :

I'IRDL FRE CNRS 3744

En collaboration dans le cadre d'un financement CIFRE avec :

Safran Composites

Soutenue publiquement à Brest, le 07 décembre 2017



*À ma fille Sarah qui, depuis 7 ans, me donne à chaque instant l'envie
d'aller toujours plus loin, le sourire aux lèvres !*

Il faut porter jusqu'à la fin toutes les
idées qu'on soulève

Palude, André GIDE

Citation proposée par Stéphane ANDRÉ à la fin de la soutenance

Résumé

Cette étude présente la caractérisation du comportement mécanique et la tenue en fatigue d'un composite thermoplastique à matrice PEEK renforcée en fibres de carbone courtes pour des applications aéronautiques. La première partie présente la description des matériaux étudiés ainsi que la mise en place d'un protocole de caractérisation de la microstructure. Il est alors mis en avant la nécessité de générer des éprouvettes de caractérisation simples en introduisant le concept d'éprouvettes amincies. Dans un second temps, la méthode d'auto-échauffement en régime transitoire est appliquée en concluant sur l'influence de différents paramètres sur le bilan énergétique tels que la microstructure ou le grade du matériau étudié. La troisième partie présente l'établissement d'une loi de comportement phénoménologique avec une prise en compte locale de l'anisotropie par des approches micromécaniques classiques. Les simulations mécanique et énergétique donnent des résultats corrélant très bien avec l'expérimentale pour une distribution d'orientation proche de 0° et des résultats moins convaincants pour une distribution d'orientation proche de 90° . La dernière partie présente l'utilisation d'un protocole de caractérisation rapide basé sur les essais d'auto-échauffement. Cette approche, validée pour les différents matériaux étudiés, permet de prédire la courbe d'endurance en fatigue déterministe avec une seule éprouvette et en une demi-journée d'essais. Il est également mis en évidence qu'un critère énergétique à deux paramètres est indépendant de la distribution d'orientation, et qu'il est possible de discriminer rapidement en fatigue les différents matériaux étudiés.

Mots clés : thermoplastique renforcé en fibres courtes, microstructure, éprouvette amincie, fatigue, loi de comportement cyclique, protocole d'auto-échauffement, critère énergétique

Abstract

This study deals with characterization of the mechanical behavior and the fatigue lifetime of a short carbon fibers reinforced PEEK matrix thermoplastic composite for aeronautical applications. The first part presents the description of the materials studied and the implementation of the characterization of the microstructure. It's then emphasized the need to generate simple characterization samples by introducing the concept of thin specimens. In a second step, the heat build-up protocol is applied on the studied materials. It is then highlighted the influence on the energetic assessment of various parameters as the microstructure or the choice of material. The third part presents the establishment of a phenomenological law of behavior with a local consideration of anisotropy using conventional micromechanical approaches. The mechanical and energetic simulations give results correlating very well with the experimental ones for a distribution of orientation close to 0° . The last part presents the use of the heat build-up technique to predict the fatigue lifetime. This approach uses an energetic criterion with two parameters and is able to predict the deterministic fatigue curve with one sample, in half a day. It is then shown the capability to catch the influence of the variations of matrix grade and fibers content on the fatigue properties and validates the use of the technique for fast materials screening.

Key words : short fiber thermoplastic composite, microstructure, thin specimen, heat build-up, infrared thermography, behavior law, fatigue, energetic criterion

Remerciements

Me voilà rendu à l'écriture de cette page ces pages de remerciements. Étape où se mêle beaucoup de sentiments : la joie d'être arrivé jusqu'ici et d'avoir survécu à ces années d'étude, une évidente nostalgie à enterrer mon statut d'étudiant, et une énorme reconnaissance à de nombreuses personnes que cet exercice ne fait qu'amplifier...et, je dois l'avouer, une certaine crainte de malfaire tant cela peut me tenir à cœur... Mais plus d'hésitation à avoir, je me lance!

Je tiens à commencer cette salve de remerciements en les adressant à Madame la Présidente du jury, Sylvie CASTAGNET, à Messieurs les rapporteurs, Stéphane ANDRÉ & Habibou MAITOURNAM, à Madame et Messieurs les membres du jury, Ida RAOULT, René BILLARDON & Thomas BONNEMAINS de m'avoir fait l'honneur de vous intéresser à mon travail et pour les discussions qui en ont suivi. Discussions qui m'ont particulièrement touché par vos commentaires élogieux, en particulier ceux de Monsieur BILLARDON ayant souligné des points qui me tenaient particulièrement à cœur. Discussions qui m'ont amené à réfléchir (et qui continuent de le faire!), en particulier les réflexions et les commentaires précis que Monsieur ANDRÉ m'a adressés tout au long de son travail de relecture et les questions très poussées de Madame RAOULT qui m'ont assurément permis de me remettre en question, de progresser, de comprendre de nouvelles choses et de vouloir continuer à creuser le sujet.

Je tiens également à souligner que ces remerciements prennent encore plus de valeurs quand on sait que chaque événement de ma vie est soumis à cette ingrate loi de Murphy : annulation de vols à la dernière minute sans raison apparente le jour de la soutenance, report de l'heure du début plus de fois que je n'aurais pu l'imaginer... mais nous y sommes arrivés! Et je vous remercie pour la bonne humeur présente toute cette journée, la rendant encore plus inoubliable et surtout épique à raconter!

Dans un second temps, je souhaite remercier le groupe Safran, et en particulier les entités Safran Composites et Safran Landing Systems, ainsi que l'IRDL de m'avoir permis de vivre cette fabuleuse [je ne sais pas si c'est l'adjectif que j'aurais choisi tout au long des trois ans, mais avec un peu de recul, c'est celui qui me vient spontanément, NDA] aventure! La découverte du monde aéronautique et les conditions de travail étaient juste merveilleuses. Comment espérer mieux pour débiter une carrière!?

J'aimerais aller un peu plus loin dans ces remerciements en les rendant plus personnels. Pour cela, je souhaiterais remercier Jérôme OLHAGARAY, Nicolas CARRÈRE ainsi que tous mes interlocuteurs chez Safran Composites (j'ai en particulier une pensée pour Marine WIKTOROWICZ, Émilie ROCHE, Sébastien PAUTARD et Jean-Charles MALENFANT) et chez Safran Landing Systems (en particulier Mathieu JOUBERT et René BILLARDON) pour les moments passés ensemble, pour l'intérêt que vous portez à mon travail ainsi que pour vos efforts à me montrer l'utilité que vous en avez. Cela a été une source de motivation certaine tout au long de ces trois années, en plus d'être très enrichissant d'un point de vue professionnel, mais aussi personnel.

Ensuite, je souhaite adresser ma reconnaissance et mes remerciements à Sylvain LECLERCQ. Sylvain, merci de m'avoir accordé ta confiance en stage puis durant ces années de thèse. Aussi, je voudrais vraiment faire figurer que tu as su maintenir ma motivation tout au long du projet et, quand je me sen-

tais perdu et dans l'obscurité la plus complète [c'est arrivé à plusieurs reprises, c'est impossible de le nier, mais il semblerait que cela fasse partie intégrante de l'exercice de la thèse, NDA], tes appels, ta motivation, ton optimisme et ta vision du projet suffisaient à me relancer avec envie et enthousiasme. En plus de tout ce que tu m'as apporté professionnellement, tu m'as donné une vision de ma carrière professionnelle à long terme. Pour tout cela et bien plus encore, merci!

Bien entendu, je remercie mon directeur de thèse Yann MARCO et mon co-encadrant Vincent LE SAUX pour leurs qualités professionnelles et humaines dont j'ai eu la chance de bénéficier depuis la fin de l'école d'ingénieur. Yann, merci pour ton optimisme sans faille (et quelques soit les résultats!) et tes idées toujours plus nombreuses à chaque problème rencontré. Vincent, merci pour ta rigueur, ta compréhension et ta pédagogie. Je vous remercie également pour votre écoute et votre présence dans les moments où cela s'est fortement fait ressentir. Je garde en mémoire de très bons souvenirs de cohésion, notamment en conférence où les conversations diffèrent la journée et le soir découlant sur de nombreuses anecdotes! J'espère qu'il y aura encore d'autres moments comme ceux-là et que nous continuerons à travailler ensemble, de près ou de loin!

Je souhaite remercier également de nombreuses autres personnes de l'IRDL à l'ENSTA Bretagne qui ont contribué aux travaux présentés. Notamment Cédric DOUDARD et Sylvain CALLOCH pour leur aide sur certaines questions et durant la préparation du manuscrit. Sylvain MOINE pour son aide concernant les calculs numériques. Frédéric MONTEL pour ses conseils et le développement d'outils ayant permis de réaliser les essais dans de bonnes conditions et avec précisions. Et je remercie de façon générale l'ensemble de l'équipe technique de l'ENSTA Bretagne qui ont tous contribué à un moment donné à ces travaux.

Il me tient à cœur de remercier également mes stagiaires Thomas GLANOWSKI, Harry BLOCH et Libor NAVRÁTIL. Avec une mention particulière pour Libor avec qui j'ai pris un réel plaisir à travailler pendant presque un an et demi. Sans lui, les résultats présentés dans ce manuscrit ne seraient pas aussi aboutis. En plus de cela, c'est un très bon coach sportif! Díky za všechno!

Un peu plus éloigné du cadre direct de cette thèse, l'enrichissement personnel et professionnel a été renforcé par la bonne ambiance qui règne à l'IRDL et à la cohésion de groupe. Je vous remercie tous pour ces pauses cafés, soirées, sorties et moments de partage riches en rencontres! Avec une pensée particulière pour Julien¹, Leonardo², Jérémy³ et Alin⁴.

Et puis il faut quand même que je fasse un bon paragraphe pour mes co-bureaux du D218! Je n'aurais probablement pas vécu (ou survécu?) l'aventure aussi bien sans eux. Toujours présent, avec une très bonne cohésion, du soutien, du partage, de la bonne humeur, des rires, quelques moments difficiles, presque une histoire d'amour! Morgane, je te remercie pour ta gentillesse et ton aide tout au long de la thèse. Je ne voudrais pas dire que je suis content de voir que quelqu'un a autant de malchance que moi, mais en tout cas, nous avons pu nous soutenir, cela a vraiment été précieux pour moi. Isaure, je ne sais pas si je dois te remercier, car tu m'as quelques fois fait allonger les pauses... mais ce qui est sûr, c'est que tu m'as rendu agréable beaucoup de journées! Et puis, si, merci pour le coup de main en fin de thèse quand même, tu as été courageuse! Jean, merci d'avoir animé le bureau avec quelques touches d'humour bien placées et pour ton calme. Tu es un excellent marchand de tapis! Et enfin, merci Jean-Baptiste, tu nous as rejoints plus tardivement, mais le bureau est encore plus vivant avec toi [je ne pensais pas cela possible, NDA], merci aussi pour tous les moments partagés

1. Qui m'a hébergé plus d'une fois et qui me fait me sentir bon à la pêche. Mais aussi et surtout pour son amitié.

2. Toujours partant pour un verre d'absinthe ou pour aller plonger. Et puis, c'est quand même grâce à lui que j'ai vécu pas mal d'aventures, il faut le dire!

3. Toujours d'une grande délicatesse dans ses phrases!

4. Collègue depuis la dernière année d'école d'ingénieur. À l'époque, nous nous étions dit que jamais nous ne ferions de la fatigue! Comme quoi...ne jamais dire jamais!

ensembles (soirées, fléchettes, plongées, taxi, concours de beauté, etc. la liste est longue!). Ce qui est sûr, c'est que l'ambiance du D218 va me manquer...

Ces quelques lignes de remerciements ne seraient pas complètes sans une pensée pour mes proches. J'aurais beaucoup de monde à remercier tant j'ai été encouragé et aidé durant mes études. Mais la personne qui me tient le plus à cœur de mentionner est ma Sarah, ma plus grande fan ...qui a dû supporter mon absence et mon rythme de travail à de nombreuses reprises. Je sais que les dernières semaines ont été difficiles pour elle et je voudrais la remercier pour sa patience et sa compréhension du haut de ses 7 ans. Mais aussi pour tout le courage et la volonté qu'elle me donne à chaque instant, avec des mots aussi simples, mais puissants que : « tu es le meilleur des papas ». Cet aboutissement est pour elle et j'étais très heureux de voir sa fierté le jour de la soutenance. Je voudrais aussi remercier mon Papa et ma Maman, présents et à l'écoute durant toutes ces années. Une évidence pour moi est que le perfectionnisme de mon Papa, la curiosité et l'ouverture de ma Maman se retrouvent dans ce mémoire. J'ai aussi une pensée pour Sandrine et Daniel, qui m'ont encouragé à poursuivre mes études et m'ont aidé aussi souvent qu'ils le pouvaient. J'ai une famille formidable!

Enfin, je tiens à remercier ma Limousine préférée, Alice, pour son amitié inconditionnelle depuis de nombreuses années, pour sa présence à chaque grande étape de ma vie, et pour toutes les aventures que nous avons pu vivre ensemble. Si je suis cette personne aujourd'hui, c'est aussi grâce à elle, et cela se retrouve, sans aucun doute, dans beaucoup de mes faits!



Table des matières

Résumé	iii
Abstract	iv
Remerciements	v
Table des matières	viii
Table des figures	x
Liste des tableaux	xiii
Notations	xiv
1 Introduction	1
1.1 Contexte industriel	1
1.2 Contexte scientifique	3
1.3 Objectifs industriels et scientifiques	5
1.4 Démarche adoptée	5
1.5 Organisation du manuscrit	7
2 Matériaux, éprouvettes et microstructures	8
2.1 Bibliographie	9
2.2 Matériaux investigués	28
2.3 Outil de description de la microstructure	30
2.4 Éprouvettes	36
2.5 Bilan	41
3 Caractérisation par auto-échauffement	43
3.1 L'auto-échauffement dans la littérature	45
3.2 Thermographie infrarouge	52
3.3 Méthode de résolution	65
3.4 Résultats	73
3.5 Bilan	82
4 Modélisation du comportement cyclique	85
4.1 Bibliographie	87
4.2 Génération d'une base de données	98
4.3 Analyse de la réponse mécanique	104

4.4	Modélisation 1D	116
4.5	Modélisation 3D	127
4.6	Validations	133
4.7	Bilan	140
5	Critère de fatigue	144
5.1	Bibliographie	145
5.2	Protocole de caractérisation rapide	155
5.3	Résultats	157
5.4	Bilan, discussion et perspectives	163
6	Conclusions & Perspectives	166
	Bibliographie	171
A	Simplification de l'équation d'état de X	189

Table des figures

1.1	Diagramme d'Ashby des matériaux classiques dans le domaine aéronautique des transports.	2
1.2	Logigramme de la démarche et des sujets abordés dans ce manuscrit	6
2.1	Monomère du PEEK	10
2.2	Structure moléculaire des polymères	11
2.3	Illustration des trois configurations de stéréo-isomérie	11
2.4	Principales formes de cristallinité d'un polymère	13
2.5	Thermogramme obtenu par DSC pour du PEEK brut	14
2.6	Influence de la température sur le module d'élasticité en traction	14
2.7	Déformation d'un sphérolite	16
2.8	Déformation d'une lamelle cristalline	17
2.9	Résultats de DMTA pour un PEEK issus de [Inc11].	18
2.10	Illustration de l'effet cœur/peau	20
2.11	Position d'une fibre dans l'espace	21
2.12	Illustration du tenseur d'orientation d'ordre deux en 2D	23
2.13	Illustration de l'imprécision des tenseurs d'orientation d'ordre deux en 2D	23
2.14	Principe de l'analyse expérimentale de la microstructure	26
2.15	Détermination de la distribution tridimensionnelle	27
2.16	Répartition des grandeurs caractéristiques des fibres	29
2.17	Observation MEB de la géométrie réelle des fibres	30
2.18	Évolution de la capacité calorifique en fonction de la température	31
2.19	Procédé de préparation des échantillons - Microstructure	32
2.20	Histogramme de niveau de gris obtenu pour une observation microscopique	33
2.21	Processus de traitement numérique d'une image de la microstructure	34
2.22	Méthode de présentation des résultats d'observation de la microstructure	35
2.23	Présentation des résultats d'observation de la microstructure	36
2.24	Présentation des résultats d'observation de la microstructure : tenseurs d'orientation	36
2.25	Différentes orientations de prélèvement des éprouvettes	37
2.26	Dimension en millimètre des éprouvettes utilisées	38
2.27	Microstructure d'une éprouvette de 3.25mm d'épaisseur prélevée à 0°	39
2.28	Microstructure d'une éprouvette de 4mm d'épaisseur prélevée à 0°	39
2.29	Microstructure d'une éprouvette de 8mm d'épaisseur prélevée à 0°	39
2.30	Génération des éprouvettes amincies de type peau	40
2.31	Microstructure de deux éprouvettes amincies à 0°	41
2.32	Microstructure de deux éprouvettes amincies à 90°	41
3.1	Résolution spatiale de l'équation de la chaleur : approche 0D, 1D et 2D. Inspirée de [Mun12]	47
3.2	Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique	48

3.3	Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique	49
3.4	Bilan radiométrique : décomposition des 3 contributions du rayonnement mesurable . .	54
3.5	Protocole expérimental de la mesure de l'émissivité directionnelle	55
3.6	Émissivité directionnelle du matériau non peint	57
3.7	Émissivité directionnelle du matériau peint et non peint	57
3.8	Émissivité directionnelle : visualisation du champs thermique	58
3.9	Évolution du facteur moyen de transmission atmosphérique	59
3.10	Définition de la face et de la tranche d'une éprouvette	61
3.11	Cartographie des NETD pour chaque calibration utilisée dans les conditions réelles d'essai	64
3.12	Illustration du déplacement temporel d'un point matériel	66
3.13	Illustration d'une stratégie de résolution de la littérature	67
3.14	Microstructure de la face observée par thermographie infrarouge	68
3.15	Procédure de recalage des films IR	69
3.16	Sollicitation mécanique de l'éprouvette lors d'un essai d'auto-échauffement	70
3.17	Visualisation d'un point chaud en vis-à-vis du faciès de rupture	71
3.18	Identification de la réponse temporelle thermique d'un pixel	72
3.19	Exemple d'identification des sources thermomécaniques	72
3.20	Obtention d'une courbe d'auto-échauffement	73
3.21	Répétabilité des courbes d'auto-échauffement	74
3.22	Influence du recalage des films IR sur l'identification des sources thermiques	75
3.23	Modélisation simplifiée de la réponse thermo-élasto-viscoélastique du matériau	76
3.24	Influence de l'orientation sur la dissipation et le couplage thermo-élastique	77
3.25	Comparaison des courbes d'AE pour des éprouvettes complètes et amincies	78
3.26	Influence de l'épaisseur - courbe d'auto-échauffement	78
3.28	Coupe de la dissipation en fonction de l'épaisseur	79
3.27	Champs de dissipation et couplage thermoélastique : influence de l'épaisseur	80
3.29	Homogénéité de la dissipation sur l'épaisseur pour les éprouvettes de 8mm	81
3.30	Coupe du couplage thermo-élastique et microstructure en fonction de l'épaisseur	81
3.31	Comparaison des sources dissipatives des différents matériaux	83
4.1	Modèle avec distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline .	87
4.2	Modèle sans distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline .	88
4.3	Schéma rhéologique du modèle de LAURIN, CARRÈRE et MAIRE de type spectral	88
4.4	Schéma rhéologique du modèle de ANDRIYANA	89
4.5	Illustration du modèle proposé par LAUNAY dans [Lau11]	90
4.6	Illustration des problèmes d'Eshelby à inclusion homogène et hétérogène	92
4.7	Illustration de l'homogénéisation en deux étapes	95
4.8	Corrélation d'images : mouchetis réalisés	101
4.9	Illustration du dispositif de corrélation d'images	102
4.10	Illustration des précautions expérimentales pour l'acquisition des images	102
4.11	Visualisation de la base expérimentale des essais complexes	104
4.12	Influence de la vitesse de sollicitation sur un essai de traction monotone	105
4.13	Comparaison traction/compression monotones	106
4.14	FRC avec des paliers en traction répétés deux fois d'amplitude croissante puis décroissante	107
4.15	FRC alternant deux paliers de même amplitude croissante en traction puis en compression	107
4.16	Zoom sur un niveau de chargement élevé en traction pour un essai FRC de type 1	108
4.17	Essai anhystérétique en fluage	109
4.18	Comparaison des essais ANH en traction et compression	110
4.19	Essais TRR	111

4.20	Illustration des grandeurs cycliques mesurées : le module sécant E_s , l'aire de boucle h , et la déformation résiduelle ϵ_r	112
4.21	Évolution de l'aire d'hystérésis sur 10 cycles durant un essai d'AE	112
4.22	Évolution de l'aire d'hystérésis durant un essai de fatigue	113
4.23	Évolution du module sécant sur 10 cycles durant un essai d'AE	113
4.24	Évolution du module sécant durant un essai de fatigue	114
4.25	Évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'amplitude de contrainte	115
4.26	Évolution de la déformation résiduelle sur 10 cycles durant un essai d'AE	115
4.27	Modélisation proposée	117
4.28	Choix d'une non-linéarité viscoélastique	118
4.29	Évolution du module élastique équivalent en fonction de la plasticité	119
4.30	Choix d'une loi d'évolution de l'écrouissage cinématique	120
4.31	Schéma rhéologique bilan du modèle proposé	121
4.32	Démarche d'identification sur un essai FRC	123
4.33	Identification sur une éprouvette prélevée à 0° - FRC	124
4.34	Identification sur une éprouvette prélevée à 90° - FRC	125
4.35	Validation sur une éprouvette prélevée à 0° - ANH	126
4.36	Validation sur une éprouvette prélevée à 90° - ANH	126
4.37	Schéma d'homogénéisation : évolution de C_{11} en fonction de la microstructure	130
4.38	Identification tridimensionnelle - Tractions monotones	132
4.39	Comparaison des champs numériques et expérimentaux	134
4.40	Corrélation essais/calculs. Éprouvette complète prélevée à 0°.	136
4.41	Corrélation essais/calculs. Éprouvette complète prélevée à 90°.	137
4.42	Corrélation essais/calculs. Éprouvette amincie percée prélevée à 0°.	138
4.43	Corrélation essais/calculs. Éprouvette amincie percée prélevée à 90°.	139
4.44	Validation du modèle 3D en réponse dissipative.	141
5.1	Approches en fatigue : évolution du module sécant durant un essai de fatigue	146
5.2	Évolution des grandeurs mécaniques durant un essai de fatigue.	148
5.3	Influence du recalage des films IR sur l'identification des sources thermiques	154
5.4	Identification d'un critère de durée de vie énergétique de façon empirique	156
5.5	Compréhension des régimes de fatigue à partir de la simulation numérique.	157
5.6	Confrontation du critère de durée de vie identifié avec des points de fatigues	158
5.7	Critères de durée de vie en fonction de la microstructure moyenne	159
5.8	Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les matériaux <i>A</i> et <i>B</i>	161
5.9	Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les matériaux <i>C</i> et <i>D</i>	162
5.10	Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les quatre matériaux de l'étude.	163
6.1	Logigramme du manuscrit de thèse en fonction des principaux objectifs	167

Liste des tableaux

2.1	Propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés	31
2.2	Procédure de polissage	32
2.3	Caractéristiques des observations microscopiques faites avec le Keyence VHX-5000	33
3.1	Caractéristiques de la caméra infrarouge FLIR Systems SC7600BB	60
3.2	Caractéristiques des objectifs infrarouges	61
5.1	Synthèse des différences entre les matériaux <i>A</i> , <i>B</i> , <i>C</i> et <i>D</i>	160

Notations

Sauf avis contraire, nous utilisons la sommation implicite d'Einstein pour expliciter les opérateurs utilisés.

Nomenclature des éprouvettes

{matériau}-{géométrie}-{épaisseur}-{angle de prélèvement}-{position}[P]

Par exemple, une éprouvette issue d'une plaque du matériau *A*, de 4 *mm* d'épaisseur, avec une orientation de découpe à 15° et une zone de prélèvement dite de type 2 sera appelée : A-G1-4-15-2. Si cette éprouvette est préalablement amincie alors elle sera appelée : A-G1-4-15-2P.

Grandeurs physico-chimiques

T_g	Température de transition vitreuse
ρ	Masse volumique
c_p	Chaleur massique
λ	Conductivité thermique

Formats

u	Scalaire
$\underline{u}$	Vecteur de composantes u_i
$\underline{\underline{u}}$	Tenseur d'ordre 2 de composantes u_{ij}
$\mathbf{U}$	Tenseur d'ordre 4 de composante U_{ijkl}

Opérateurs

$\underline{\underline{I}}$	Tenseur identité d'ordre 2
-----------------------------	----------------------------

I	Tenseur identité d'ordre 4
K	Projecteur sur la partie sphérique
P	Projecteur sur la partie déviatorique
$\otimes$	Produit tensoriel
$\underline{\underline{u}} \rightarrow \det(\underline{\underline{u}})$	Déterminant
$\underline{u} \rightarrow \operatorname{div}(\underline{u})$	Opérateur divergence
$u \rightarrow \dot{u} = \frac{du}{dt}$	Dérivée temporelle
$u \rightarrow \frac{\partial u}{\partial a}$	Dérivée partielle de u par rapport à a
$(\underline{\underline{u}}, \underline{\underline{v}}) \rightarrow \underline{\underline{u}} \cdot \underline{\underline{v}}$	Produit simplement contracté
$(\mathbf{U}, \underline{\underline{v}}) \rightarrow \mathbf{U} : \underline{\underline{v}}$	Produit doublement contracté
$u \rightarrow \langle u \rangle$	Opérateur moyenne
$u \rightarrow \exp(u)$	Opérateur exponentiel
$u \rightarrow u $	Valeur absolue
$u \rightarrow \operatorname{sign}(u)$	Donne le signe de u

Grandeurs de description de la distribution d'orientation

θ, Φ	Angles d'Euler, respectivement, angles d'inclinaison et azimutal
Ω	Sphère unité
$\underline{p}$	Vecteur position unitaire
Ψ	Distribution d'orientation des fibres
$\underline{\underline{a}}^\Psi$	Tenseur d'orientation d'ordre 2
$\mathbf{A}^\Psi$	Tenseur d'orientation d'ordre 4
$a_i, \forall i \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$	Valeurs propres de $\underline{\underline{a}}^\Psi$
$(\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$	Repère matériel local, formé des vecteurs propres

Grandeurs liées à l'auto-échauffement

T	Température
$\theta = T - T_{\text{ini}}$	Différence de température

S_t	Terme source
$\underline{q}$	Flux de chaleur
Δ	Dissipation intrinsèque
$\Delta^\star$	Dissipation intrinsèque moyenne par cycle
r	Source volumique de nature autre que mécanique

Grandeurs mécaniques de la loi de comportement

Ψ	Potentiel de Helmholtz
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\underline{A_{ve}}}$	Force thermodynamique viscoélastique
$\underline{\underline{A_p}}$	Force thermodynamique plastique
$\underline{\underline{X}}$	Contrainte de rappel associé à l'écrouissage cinématique
σ_{eq}	Contrainte équivalente de Von Misès
σ_y	Seuil de plasticité
$\underline{\underline{\epsilon}}$	Tenseur des déformations totales
$\underline{\underline{\epsilon_e}}$	Déformation élastique
$\underline{\underline{\epsilon_{an}}}$	Déformation anélastique
$\underline{\underline{\epsilon_{ve}}}$	Déformation viscoélastique
$\underline{\underline{\epsilon_p}}$	Déformation plastique
V_k	Ensemble des variables internes
$\underline{\underline{\alpha}}$	Variable d'état associée à l'écrouissage cinématique
$\mathcal{D}_i$	Dissipation intrinsèque instantanée
$\mathcal{C}_e$	Couplage thermoélastique
$\mathcal{C}_{V_k}$	Couplage thermomécanique
C	Tenseur de rigidité
S	Tenseur de souplesse
H	Tenseur de Hill

Grandeurs liées à la fatigue

σ_a	Contrainte alternée
σ_r	Contrainte à rupture
R	Rapport de charge
N	Nombre de cycle au cours du chargement de fatigue
N_a	Nombre de cycle à l'amorçage
Δ_e	Énergie élastique de déformation
Δ_{ve}^*	Contribution viscoélastique à l'énergie dissipée moyenne par cycle
Δ_{vp}^*	Contribution viscoplastique à l'énergie dissipée moyenne par cycle
$P_{\max}$	Pression hydrostatique positive maximale

Qu'est-ce qu'il y aurait à la fin si tout
était au commencement?

VICTOR HUGO
Notre-Dame de Paris

Introduction

L'objectif de cette thèse est de proposer une loi de comportement cyclique et une méthode de prédiction rapide d'un critère de durée de vie en fatigue adaptée pour un thermoplastique thermostable semi-cristallin renforcé en fibres courtes de carbone à hauteur de 30% en masse. Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans le cadre d'une convention CIFRE entre :

- la société Safran Composites, Groupe Safran, équipementier dans les domaines de l'aéronautique, de l'espace et de la défense;
- l'institut de Recherche Dupuy de Lôme (iRDL FRE CNRS 3744), sur le site de l'ENSTA Bretagne en collaboration avec Safran Landing Systems, concepteur de la pièce cible de l'étude.

Dans ce chapitre, nous mettons en évidence le contexte et les objectifs industriels de l'étude, le contexte et les objectifs scientifiques et nous présentons la démarche adoptée.

1.1 Contexte industriel

Depuis les débuts de l'histoire de l'aviation, tous les constructeurs ont cherché à réduire au maximum le poids des engins volants. Dans les prémises des développements, la limitation de la masse était particulièrement liée à la faible puissance des moteurs embarqués qui ne pouvait pas faire décoller un avion trop lourd. Ainsi, un des pères de l'aviation, Clément ADER, construisit en 1890 l'Éole, son premier avion équipé d'un moteur à vapeur. Déjà, à l'époque, pour limiter la masse totale à 300kg, il utilisa des matériaux légers tels que le bambou et des toiles.

Ces dernières décennies, la volonté de réduction globale de masse n'est plus liée à un manque de puissance des motorisations, mais à un souci de diminuer la consommation de carburant (et par conséquent des émissions de gaz à effet de serre) qui, pour une vitesse donnée, est proportionnelle à la masse embarquée.

Pour cela, hormis l'utilisation des alliages métalliques techniques, l'utilisation des composites est de plus en plus répandue, car elle permet d'alléger les structures tout en gardant de bonnes proprié-

tés mécaniques. Nous proposons sur la figure 1.1 deux diagrammes d'Ashby¹ confrontant le module d'Young et la durée de vie en fatigue à la masse volumique des principaux alliages métalliques, des composites organiques et de certains polymères classiques. Nous constatons alors que les composites organiques renforcés en fibres de carbone proposent un compromis intéressant entre propriétés mécaniques et masse volumique. De plus, la maîtrise de la microstructure et les procédés de mise en œuvre permettent de produire des pièces de formes complexes au caractère multifonctionnel, facilitant leur intégration pour remplacer les technologies existantes.

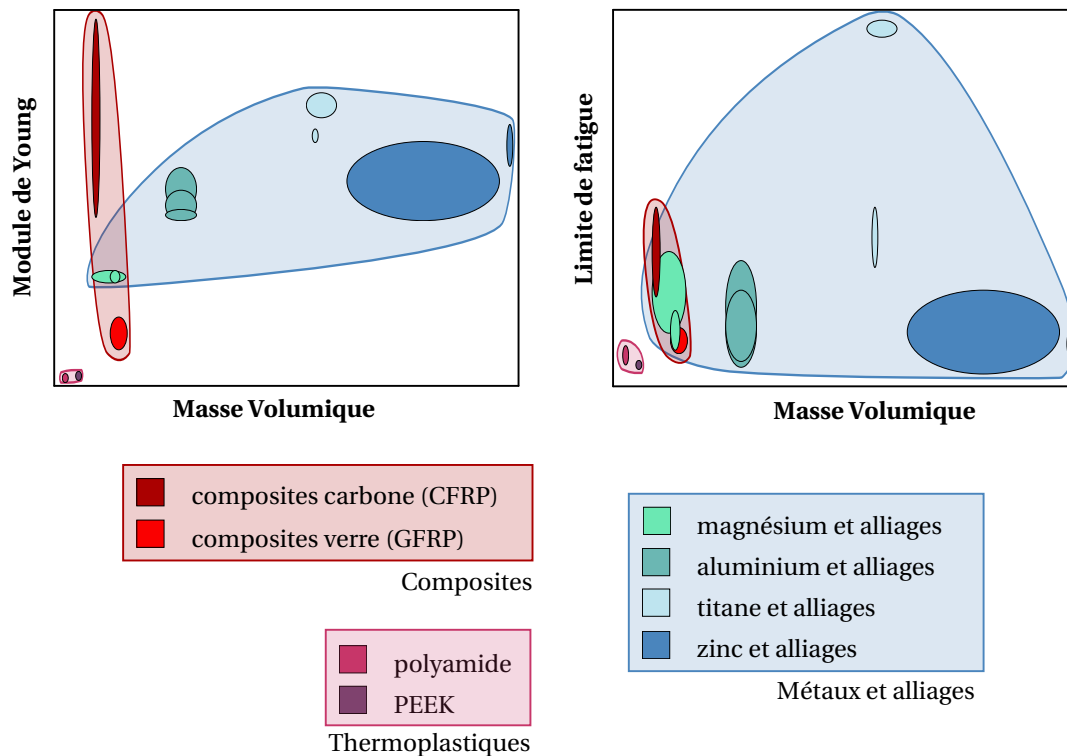


Figure 1.1 – Diagramme d'Ashby des matériaux classiques dans le domaine aéronautique des transports.

Nous pouvons distinguer deux grandes familles de matrices de composites organiques : les thermodurcissables et les thermoplastiques. Dans cette étude, nous nous intéressons aux matrices thermoplastiques qui se présentent comme une alternative intéressante aux thermodurcissables en raison de leur facilité à être utilisés puis recyclés, et à une en particulier : le PEEK (polyéther-éther-cétone). Nous concentrons également l'étude sur la sous famille de composites à matrice thermoplastique renforcée de fibres courtes (longueur inférieure au millimètre), en l'occurrence de fibres courtes de carbone à hauteur de 30% et 40% en masse.

Ce composite possède des caractéristiques mécaniques intéressantes pour une grande plage de température d'utilisation (matrice thermoplastique thermostable semi-cristalline) et une excellente résistance chimique (aux fluides aéronautiques notamment). Il est également injectable, y compris pour des épaisseurs importantes, ce qui permet, pour un coût modéré, la conception d'une (ou de) structure(s) de géométrie complexe et potentiellement multifonctionnelle.

1. Diagrammes réalisés avec le logiciel CES Edupack : <http://www.grantadesign.com/fr/education/edupack.htm>.

Afin d'intégrer ce composite dans la conception de pièces avionnées, il est primordial d'appréhender son comportement sous sollicitations représentatives des conditions de fonctionnement. Dans cette étude, la pièce cible conçue par Safran Landing Systems est soumise à des sollicitations cycliques et à différentes conditions environnementales, notamment une variation de la température allant de l'ambiante jusqu'à 70°C.

1.2 Contexte scientifique

La prédiction du comportement en fatigue de structures en thermoplastiques renforcés (SFRP pour *Short Fibers Reinforced Plastics*) est une problématique ouverte et qui a généré de nombreuses études récentes [Van+03; Lau11; MF15]. C'est en particulier le cas des applications automobiles où le PA66 renforcé en fibres courtes de verre est un très bon candidat au remplacement de l'aluminium pour diverses applications. Dans le domaine de l'aéronautique, l'utilisation de matériaux composites était très majoritairement restreinte à l'emploi de matrices thermodurcissables, et les matrices thermoplastiques étaient utilisées exclusivement avec des fibres longues. L'intérêt est désormais grandissant pour l'emploi de composites à fibres courtes pour les raisons évoquées précédemment.

Ces derniers présentent une variation très importante des propriétés mécaniques par phases qui pilote leur comportement et leur tenue en fatigue. La difficulté est de comprendre, identifier, modéliser les liens entre les mécanismes pilotant le comportement et la ruine de ces matériaux à des échelles intermédiaires et les manifestations macroscopiques. Nous listons ci-dessous les principales difficultés rencontrées.

Un comportement mécanique cyclique complexe

La nature thermoplastique de la matrice les rend sensibles à leur environnement (milieu, température) et peut activer l'ensemble des composantes d'un comportement mécanique complexe (visco-élasticité, viscoplasticité, endommagement, etc.). La prédiction de la réponse thermomécanique pour des chargements cycliques et de fatigue (description tout au long de la durée de vie ou considération d'un cycle stabilisé) constitue un premier défi.

Une anisotropie marquée et couplée au procédé de fabrication

La mise en œuvre par injection de ces matériaux composites génère un couplage fort, au travers de la microstructure induite, entre la géométrie de la pièce, les paramètres du procédé, et les propriétés mécaniques locales. La description du gradient de comportement mécanique, lié au gradient microstructural, est cruciale, car il fait varier les modules d'Young et les tenues mécaniques d'un ordre allant du simple au triple. Cette anisotropie mécanique, directement liée au taux préférentiel directionnel de renfort, peut évoluer tout au long de la pièce. Cette description peut se faire sur la base des outils industriels actuellement disponibles (simulations d'injection) et qui donnent accès, de manière plus ou moins pertinente suivant les cas d'écoulement, aux tenseurs locaux d'orientation des fibres [Ber+07a; Lau11]. Cette description de la microstructure locale peut se faire par caractérisation expérimentale locale en utilisant différentes méthodes [Dra06]. La prise en compte de ce couplage via la microstructure constitue un second défi.

Une démarche de dimensionnement en fatigue qui reste à valider

Au-delà des difficultés illustrées précédemment et liées à la modélisation du comportement sous chargement cyclique, les approches de dimensionnement en fatigue ne sont pas encore matures. Une

première famille vise la simulation de l'évolution d'une variable interne (le plus souvent assimilée à de l'endommagement) au cours du chargement de fatigue [Ari+14] alors que la plupart des approches visent la description d'un état *stationnaire*. Par ailleurs, si de nombreux critères sont proposés dans la littérature, basés sur des normes exprimées en contrainte, en énergie élastique ou dissipée, la corrélation à la localisation de la rupture comme à une prédiction précise de la durée de vie reste difficile, dès que les trajets de chargement deviennent complexes et peinent à décrire de manière unifiée les facteurs d'ordre 1 (sensibilité importante de la durée de vie à la distribution d'orientation et à la température). De même, l'intégration des effets d'entaille ou la validation de lois de cumul nécessaires pour des chargements cycliques complexes restent à étudier et à valider. La durée des campagnes de fatigue classiques restreint ainsi fortement le nombre de paramètres influents étudiés. Cela est encore plus vrai pour cette classe de matériaux dans la mesure où la fréquence de sollicitation ne peut être augmentée pour réduire le temps de caractérisation, ces matériaux étant fortement sensibles à l'auto-échauffement induit à des fréquences élevées.

De manière à accélérer la caractérisation des propriétés en fatigue, des études récentes profitent de la réponse thermique du matériau sous sollicitation cyclique. Associé à un critère énergétique de fatigue, cette identification des termes sources à partir des mesures de température a permis de définir des caractérisations par auto-échauffement très efficaces. La réduction des temps de caractérisation et du nombre d'éprouvettes est drastique : une seule éprouvette et une demi-journée d'essais suffisent à obtenir une courbe déterministe de tenue en fatigue [Str14 ; LaR00 ; Dou+05 ; Pon07 ; Jég12 ; Lau+13 ; Mas14 ; Ser15]. L'adaptation et l'utilisation d'une méthode de caractérisation rapide aux matériaux étudiés constituent un troisième défi.

Une transposition difficile des éprouvettes aux pièces

Pour les éprouvettes et les structures injectées en matériaux thermoplastiques, le couplage entre la géométrie et la microstructure est très fort, ce qui génère simultanément des gradients de propriétés et de sollicitation. Comme évoqué précédemment, des outils numériques permettent de proposer une chaîne de prédiction des grandeurs locales sur la base des simulations d'injection, mais ces outils, encore en développement, visent essentiellement le comportement mécanique, sans résoudre les questions de critères de ruine. Les résultats obtenus pour une géométrie d'éprouvette, même simple sont ainsi difficilement transposables aux pièces de structure, du fait de microstructures différentes. Pour les mêmes raisons, la criticité de zones typiques (lignes de soudure, de recollement, de bifurcation, au voisinage du seuil, etc.) est très mal évaluée. De manière à faciliter cette transition, des éprouvettes de structures peuvent être utilisées. Un premier niveau de complexité considère des éprouvettes avec une ligne de soudure. Le second niveau utilise des éprouvettes injectées plates présentant des entailles centrales générant des concentrations de contraintes différentes. Certaines études [SM08] traitent l'existence de ces défauts géométriques à l'image de pièces métalliques, sans vérifier ni intégrer la variabilité de la microstructure en leur voisinage. D'autres études ont permis d'illustrer l'influence de la diversité des états du matériau sur sa tenue mécanique locale, mais la pertinence des critères de dimensionnement nécessite une plus large validation. Les outils alors développés sur éprouvettes complexes permettent une étape de transition avant l'application sur pièces industrielles. Certains auteurs ont appliqué cette démarche avec succès sur certaines pièces automobiles en utilisant les méthodes de caractérisation rapide en fatigue. La démarche proposée permet alors la détection rapide des zones critiques en fatigue ainsi qu'une estimation de la durée de vie, permettant de valider à l'échelle d'une structure les critères de durée de vie identifiés sur une éprouvette, mais également l'emploi de cette approche comme outil de diagnostic rapide sur une structure [MJL13 ; Mar+14b]. L'établissement de cette transposition entre la caractérisation sur éprouvette/et la prédiction sur pièce représente ainsi un autre défi scientifique.

1.3 Objectifs industriels et scientifiques

D'un point de vue industriel, il devient impératif d'élargir le panel de matériaux qualifiés pour les développements actuels et à venir, notamment en incorporant la catégorie des thermoplastiques renforcés en fibres courtes de carbone. Il est également important de pouvoir optimiser les designs de pièces, de réduire les conservatismes et de quantifier les abattements de propriétés (thermomécanique, physico-chimique, etc.) propres à chaque matériau envisagé. Il serait également intéressant de posséder un outil de *screening matériaux* en fatigue qui permettrait de différencier rapidement les différents matériaux candidats.

Pour répondre à ces objectifs industriels, un programme de Recherche et Développement dédié aux composites à matrices organiques thermoplastiques permettant de couvrir l'ensemble de ces problématiques a été développé au sein de l'entreprise.

Pour cette étude, quatre matériaux différents à matrice PEEK renforcés à 30% et 40% en masse sont retenus, avec pour référence le matériau nommé dans la suite de ce manuscrit *A* renforcé à 30% en masse. Différentes conditions expérimentales étaient souhaitées, mais ce manuscrit se focalise sur le comportement thermomécanique et la tenue en fatigue pour une température et une hygrométrie ambiantes.

L'objectif de cette thèse est ainsi de fournir des outils de dimensionnement à la fatigue intégrant les approches de caractérisation rapide pour les matériaux étudiés. Les critères et outils de dimensionnements, allant de la connaissance de la microstructure à la prédiction de la durée de vie, doivent être transposables à des structures industrielles telles que Safran Composites et Safran Landing Systems.

Précisons également que ces travaux s'intègrent dans un projet plus global piloté par Safran Composites afin d'incorporer notamment les aspects environnementaux (conditions d'essais et vieillissements).

1.4 Démarche adoptée

Les travaux présentés reposent sur une stratégie de dimensionnement à la fatigue en deux étapes, qui suppose qu'il est possible de découpler le comportement mécanique cyclique et l'endommagement en fatigue (illustration de la démarche figure 1.2). Cette approche, contrairement aux approches d'endommagement continu [NML09], suppose que la durée de vie en fatigue peut être déterminée à partir des grandeurs mécaniques mesurées en régime *stationnaire* de fatigue [CDM03 ; Lau+13]. Cette approche possède l'avantage d'être plus facilement compatible avec un cadre industriel.

Pour cela, nous proposons d'une part la génération d'une loi de comportement adaptée au matériau *A* étudié. Celle-ci est développée pour une température ambiante de façon à pouvoir décrire le plus précisément possible le **comportement thermomécanique cyclique stabilisé** du matériau pour des gammes d'efforts et de vitesses cohérentes avec l'application industrielle. Ainsi, le modèle de comportement développé ne vise pas à décrire aussi précisément l'évolution de la réponse mécanique durant les phases où l'endommagement se manifeste fortement ou pour des chargements statiques nettement supérieurs à la gamme de chargement en fatigue.

D'autre part, nous proposons d'établir une démarche de caractérisation rapide des propriétés de durée de vie en fatigue à partir des méthodes d'auto-échauffement. Ce protocole se base sur l'établissement d'un critère de durée de vie en énergie dissipée obtenu expérimentalement d'une part, par identification des termes sources thermiques par des mesures thermiques réalisées sur une éprouvette sollicitée sous chargement cyclique, et numériquement, d'autre part, avec la loi de comportement proposée.

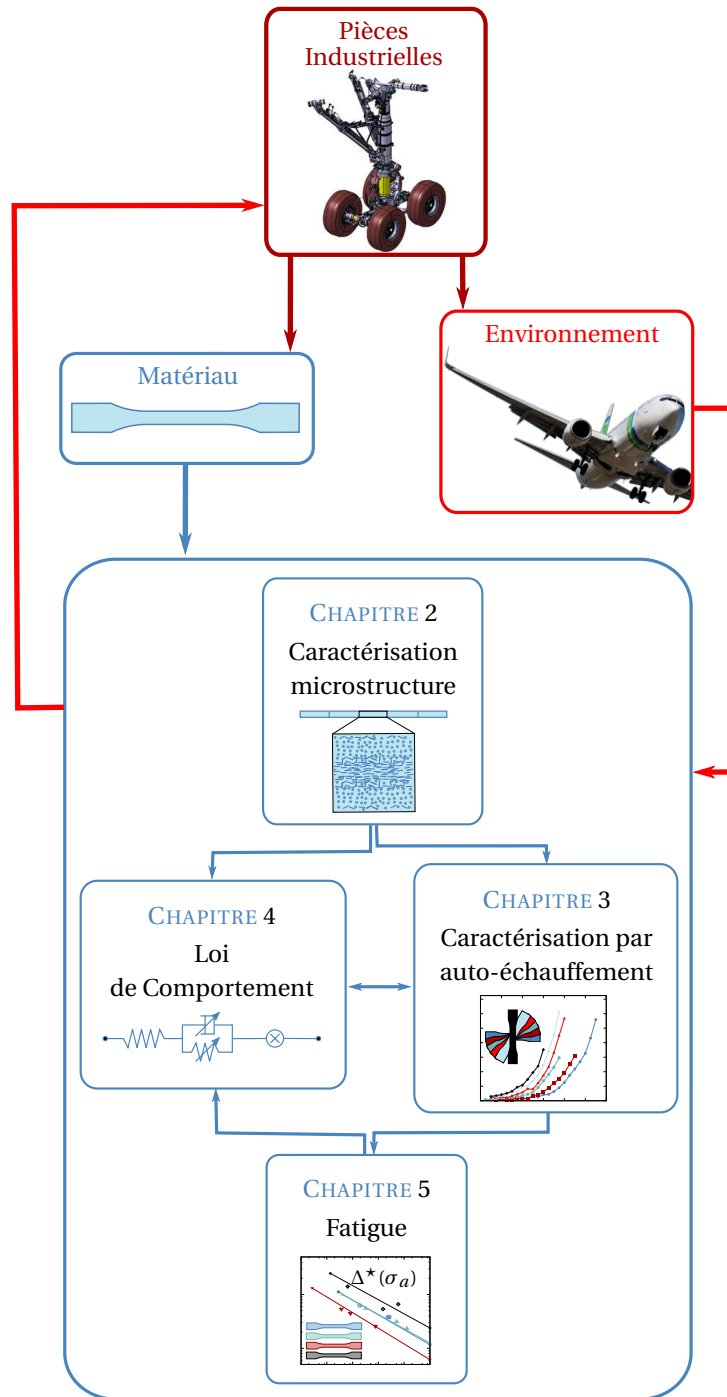


Figure 1.2 – Logigramme de la démarche et des sujets abordés dans ce manuscrit. En bleu, les éléments et liens traités, en rouge, les éléments et liens non traités.

Ces deux volets de caractérisation et de modélisation du comportement thermomécanique et de la ruine en fatigue, sont réalisés sur des éprouvettes issues de plaques injectées et obtenues par usinage conventionnel. Leur microstructure réelle est caractérisée expérimentalement par une méthode d'observation de plan de coupe et d'un outil numérique développé à l'IRDL et adapté à cette étude durant les travaux de thèse.

Cette étude ne traite cependant pas de la possibilité de transposer les résultats de caractérisation obtenus sur éprouvettes aux pièces, la validité de ce parallèle restant à vérifier. Nous ne traitons pas non plus les conditions environnementales vues par la pièce (température de fonctionnement jusqu'à 70°C et présence de fluides aéronautiques), ces éléments constituant des perspectives à cette étude.

1.5 Organisation du manuscrit

Nous débutons ce manuscrit en présentant les matériaux, les éprouvettes et les microstructures étudiés (chapitre 2). Pour cela, nous commençons par réaliser un état de l'art succinct sur les matériaux polymères et plus particulièrement sur la catégorie des thermoplastiques renforcés en fibres courtes. Nous abordons également les méthodes de détermination expérimentale de la distribution d'orientation des fibres pour cette catégorie de matériaux. Ensuite, nous présentons les matériaux étudiés, l'outil de caractérisation expérimentale de la microstructure mise en place, et enfin les éprouvettes utilisées et leur microstructure.

Dans le chapitre 3, nous proposons un protocole de caractérisation par auto-échauffement du matériau après avoir présenté un état de l'art sur les différents protocoles possibles. Pour cela, nous présentons le protocole expérimental et les précautions de caractérisation par thermographie infrarouge. Nous justifions également l'utilisation d'une méthode de caractérisation en régime transitoire en proposant un protocole d'identification des termes sources thermiques adaptés. Nous finissons par présenter différents résultats rendant compte de l'influence de l'orientation moyenne des fibres, de l'effet d'épaisseur des éprouvettes et du choix du matériau. Nous montrons également la richesse des informations bidimensionnelles pouvant être obtenues grâce au protocole d'identification proposé.

Dans le chapitre 4, nous proposons une loi de comportement permettant de décrire précisément la réponse cyclique du matériau lors d'un état d'évolution stationnaire en fatigue. Pour cela, nous commençons par présenter un état de l'art sur les modélisations proposées dans la littérature en se focalisant principalement sur les modélisations de type phénoménologiques et prenant en considération l'anisotropie par des méthodes classiques d'homogénéisation. Nous présentons ensuite la base expérimentale réalisée et l'analyse des résultats obtenus permettant de proposer une loi de comportement adapté au matériau *A* de l'étude. Le modèle proposé est ensuite généralisé au cas tridimensionnel anisotrope, et associé à une stratégie d'identification puis à un ensemble de validations thermomécaniques.

Dans le chapitre 5, nous proposons l'établissement d'un protocole de caractérisation rapide des propriétés de durée de vie en fatigue. Pour cela, nous nous basons sur les protocoles proposés dans la littérature que nous adaptons à nos conditions de caractérisation par auto-échauffement (développée au chapitre 3). Nous utilisons également le modèle de comportement (développé au chapitre 4) pour en justifier le sens physique. Enfin, nous présentons différents résultats notamment une validation de l'approche, une étude de l'influence de l'orientation moyenne des fibres et la notion de *screening matériaux*.

Celui qui est capable de remporter la victoire en s'adaptant à la situation de l'ennemi est qualifié de génie.

L'Art de la Guerre,
SUN TZU

Matériaux, éprouvettes et microstructures

Sommaire

2.1	Bibliographie	9
2.1.1	Les matériaux polymères	9
2.1.1.1	Structure des polymères	9
2.1.1.2	Les thermoplastiques semi-cristallins	12
2.1.1.3	Mécanismes physiques de déformation	15
2.1.1.4	Influence de l'environnement	16
2.1.2	Les thermoplastiques renforcés en fibres courtes	19
2.1.2.1	Généralités et mise-en-œuvre	19
2.1.2.2	Description de la microstructure	20
2.2	Matériaux investigués.	28
2.2.1	La matrice	28
2.2.2	Les fibres	29
2.2.3	Le composite : propriétés physico-chimiques	30
2.3	Outil de description de la microstructure.	30
2.3.1	Préparation et observation des échantillons	31
2.3.2	Méthode d'analyse de la distribution d'orientation	33
2.3.3	Méthode de présentation des résultats	35
2.4	Éprouvettes	36
2.4.1	Géométrie	36
2.4.2	Microstructure	37
2.4.3	Éprouvettes amincies	38
2.4.4	Nomenclature	40
2.5	Bilan	41

Nous souhaitons présenter dans ce chapitre les matériaux et ses problématiques scientifiques liées à l'étude.

Dans la première section, nous présentons très succinctement les matériaux polymères avant de nous focaliser sur les thermoplastiques thermostables semi-cristallins renforcés en fibres courtes dont nos matériaux font partie. La connaissance de nos matériaux justifiera une partie de nos hypothèses expérimentales. Aussi, nous mettons en évidence l'influence forte du procédé d'obtention sur la microstructure et les difficultés à la décrire, à la mesurer et à la prédire.

Nous présentons dans la deuxième section les quatre matériaux étudiés, les propriétés génériques principales permettant au lecteur d'en situer les ordres de grandeurs. Un deuxième volet présente leurs principales propriétés physico-chimiques mais aussi la particularité géométrique des fibres de carbone utilisées.

La troisième section décrit l'outil expérimental de détermination de la distribution d'orientation mis en place et utilisé pour la caractérisation microstructurale. De la préparation des échantillons à la méthode d'analyse des micrographies, nous présenterons les hypothèses faites et la méthode d'exploitation et de présentation des résultats.

Enfin, nous présentons la géométrie, le procédé d'obtention et la microstructure des éprouvettes employées. Nous mettons en évidence que les éprouvettes « complètes » sont des structures à part entière du fait de leur microstructure induite par l'injection. Les utiliser comme éprouvette de caractérisation est alors difficile. Pour contourner cela, nous présentons comment nous générons des éprouvettes amincies dont la microstructure, plus homogène, nous permet de caractériser mécaniquement notre matériau plus précisément.

2.1 Bibliographie

Dans cette section, nous réalisons un état de l'art très succinct sur les matériaux polymères et plus précisément sur les composites thermoplastiques semi-cristallins renforcés en fibres courtes. Nous verrons ensuite les outils de caractérisation de la microstructure.

2.1.1 Les matériaux polymères

Les matériaux polymères sont employés dans divers domaines depuis des siècles. D'abord d'origine naturelle tels le bois, le caoutchouc ou le coton, l'arrivée des polymères synthétiques durant le milieu du XX^e siècle a révolutionné le domaine des matériaux. Moins coûteux à produire et à mettre en œuvre que les matériaux métalliques et possédant des propriétés physiques et mécaniques remarquables, ils se sont rapidement diffusés dans de nombreux domaines industriels et de la vie courante. Nous proposons dans cette section de rappeler quelques généralités physico-chimiques de ces matériaux ainsi que les principaux mécanismes de déformation en résultant [Cal00; ED94].

2.1.1.1 Structure des polymères

Les polymères sont des *macromolécules* constituées d'enchainements covalents de motifs élémentaires appelés *monomères*. Ces monomères sont généralement des hydrocarbures formés principalement d'atomes de carbone et d'hydrogène sous forme d'aldéhydes, de cétones, d'amides ou de benzène. Les chaînes macromoléculaires peuvent être de très grandes longueurs. Celles-ci sont caractérisées par le degré de polymérisation et conditionnent de nombreuses propriétés physiques du

matériau. En pratique, la longueur de la chaîne macromoléculaire est mesurée à partir de la masse molaire qui repose sur une approche statistique [Cal00; Gna94; ED94].

Dans notre étude, le poly-éther-éther-cétone (PEEK) est composé du monomère oxy-1,4-phenylene-oxy-1,4-phenylene-carbonyl-1,4-phenylene visible figure 2.1 [Vil98; Nau95; Gir11; Das12a].

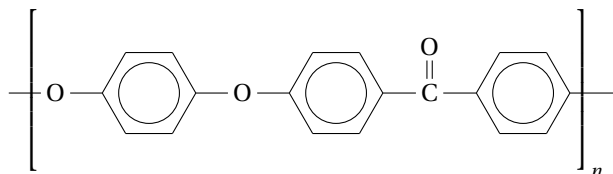


Figure 2.1 – Monomère du PEEK

2.1.1.1.1 Échelle atomique

Les atomes de la chaîne polymérique sont liés entre eux par des liaisons covalentes ayant une énergie de rupture importante. De plus, le degré de valence des atomes, le nombre de fonctionnalité et le procédé d'obtention d'un monomère peuvent conduire à différentes structures moléculaires du polymère influençant les propriétés mécaniques. Nous répertorions classiquement les structures linéaires, ramifiées, à liaisons transversales et réticulées comme illustré sur la figure 2.2.

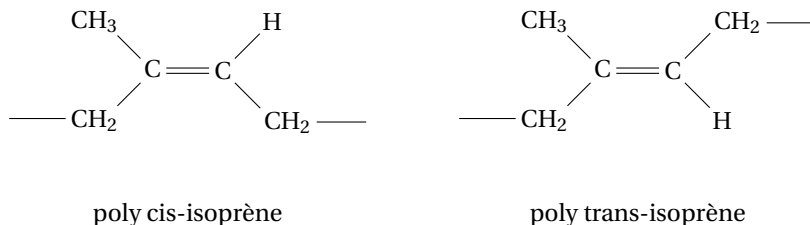
Le PEEK possède une structure linéaire conférant une bonne compaction de chaîne et donc une masse volumique importante. Avec cette structure, les liaisons de Van Der Waals entre les chaînes peuvent être prononcées.

2.1.1.1.2 Échelle macromoléculaire

À l'échelle macromoléculaire, lorsque plus d'un atome latéral ou plus d'un groupe latéral d'atomes sont liés à la chaîne principale, différentes configurations moléculaires apparaissent et influent sur les propriétés du matériau. Nous trouvons ainsi les phénomènes de stéréo-isomérisation et d'isomérisation géométrique.

Nous pouvons regrouper sous la stéréo-isomérisation les configurations isotactique, syndiotactique et atactique qui correspondent respectivement à un placement des radicaux toujours du même côté de la chaîne principale, à un placement alterné et enfin aléatoire comme illustré figure 2.3. Cette régularité de configuration de l'agencement des monomères prend de l'importance dans le sens où elle pilote la capacité de cristallisation du polymère [Lau11].

L'isomérisation géométrique peut être regroupée en deux configurations : *cis* et *trans*. Cette isomérisation intervient principalement lors de la présence d'une double liaison covalente dans un monomère. Dans ce cas, les groupements immédiatement de part et d'autre de la liaison sont soit du même côté (configuration *cis*) soit opposés (configuration *trans*). Par exemple, pour le caoutchouc naturel, nous avons le poly *cis*-isoprène (Hévéa) et le poly *trans*-isoprène (Gutta-Percha) comme suit :



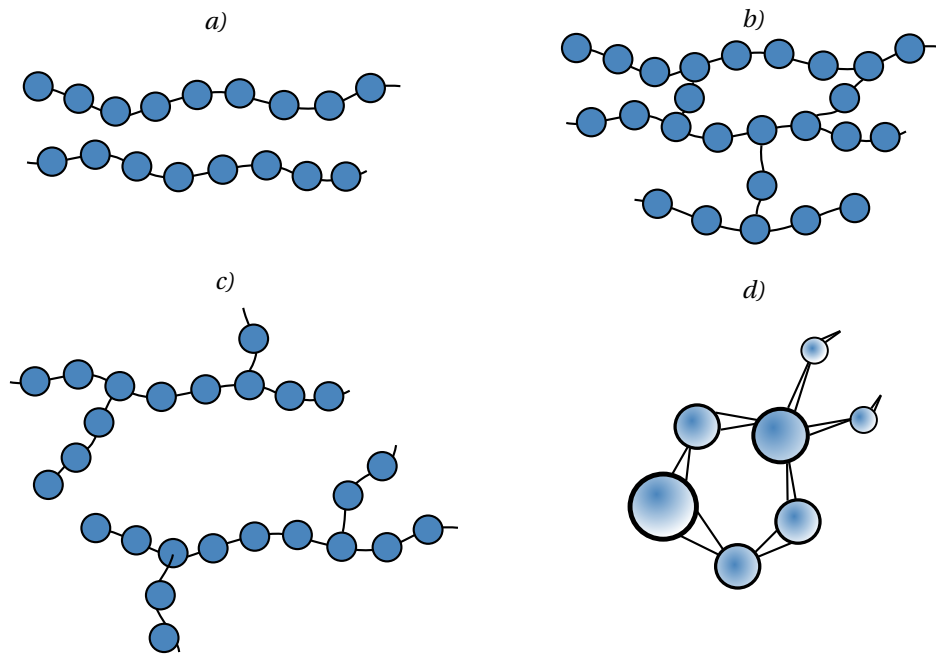


Figure 2.2 – Schéma d'une structure moléculaire a) linéaire, b) ramifiée, c) à liaisons transversales, d) réticulée. Chaque cercle représente un monomère. Figure inspirée de [Cal00]

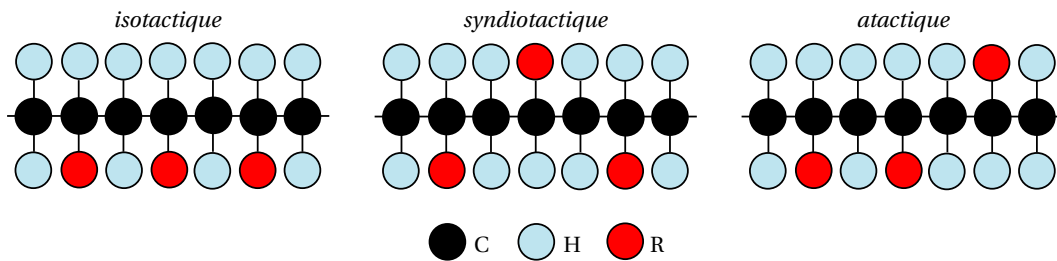


Figure 2.3 – Illustration des trois configurations de stéréo-isomérisation

À l'échelle macromoléculaire, une autre classification des polymères est utilisée. Si la macromolécule est formée de monomères de différentes natures dans une même chaîne, nous parlons alors de *copolymère*. Ceux-ci, selon l'organisation des différents monomères, peuvent être qualifiés d'aléatoires, d'alternés, de séquencés ou encore de greffés. Cela permet d'obtenir des matériaux aux propriétés physico-mécaniques différentes. Sinon, comme dans le cas du PEEK, si la macromolécule est formée uniquement de monomère identique, nous parlons de *homopolymère*.

2.1.1.1.3 Échelle supra-moléculaire

À l'échelle supra-moléculaire, nous pouvons distinguer différents types de réseaux macromoléculaires permettant de définir trois grandes familles de polymères : les *thermoplastiques*, les *thermodurcissables* et les *élastomères*.

La famille des thermoplastiques constitue l'ensemble des polymères à chaînes moléculaires indépendantes, linéaires et éventuellement ramifiées dont, la cohésion inter-chaîne est réalisée par des liaisons faibles de type Van Der Waals. Du fait de leur très grand nombre, elles assurent la cohésion de la matière mais autorisent des mouvements d'ensemble des chaînes les unes par rapport aux autres. Ces mouvements sont thermiquement activés et la matière passe d'un état solide à un état fluide avec l'augmentation de la température. Ces matériaux polymères sont alors recyclables puisqu'il suffit d'augmenter la température pour les mettre en forme à nouveau. Nous pouvons distinguer deux microstructures pour les polymères thermoplastiques : amorphe ou semi-cristallin. Le PEEK est un thermoplastique semi-cristallin.

Les thermodurcissables regroupent les polymères dont la cohésion inter-chaînes est assurée par des réseaux covalents tri-dimensionnels aux différents sites de réticulation. Le matériau obtenu reste ainsi rigide même à haute température et n'est donc pas recyclable.

Les élastomères sont une famille particulière. Il s'agit de polymères qui subissent une phase de *vulcanisation*. Cette étape est un cas particulier de réticulation. Après polymérisation en présence d'un composant *vulcanisant* comme le soufre et d'énergie thermique, les chaînes polymériques de l'élastomère forment un réseau tridimensionnel sans direction privilégiée. Le matériau ainsi obtenu permet de grandes déformations réversibles.

2.1.1.2 Les thermoplastiques semi-cristallins

Considérons maintenant le cas des thermoplastiques semi-cristallins dont le PEEK fait partie. À la différence des métaux et céramiques, la forme cristalline n'est pas un arrangement ordonné d'atomes mais de chaînes polymériques. Le terme de matériau « semi-cristallin » est employé en raison du fait que ces matériaux possèdent deux phases qui s'interpénètrent : une phase cristalline et une phase amorphe.

La quantité de phase cristalline est mesurée par le taux de cristallinité qui est fonction, pour les matériaux injectés, de la vitesse de refroidissement durant la solidification, de la présence d'inclusion (*transcristallinité*) [Cho17; Che17; Boy17], pour les matériaux injectés, et, de la configuration isomérique des chaînes. Cette cristallisation sera facilitée dans le cas de polymère à chaînes linéaires qui peuvent s'aligner plus facilement [Cal00].

Le degré de cristallinité a des conséquences importantes sur les propriétés physiques des polymères. Généralement, du fait de l'alignement des chaînes dans les régions cristallines, les liaisons de Van Der Waals inter-chaînes sont plus importantes augmentant ainsi la raideur du matériau et la résistance à la dissolution ou au ramollissement sous l'effet de la chaleur. Néanmoins, cela accroît également la fragilité du matériau.

Les matériaux étudiés possèdent une densité comprise entre 1.30 et 1.51 g/cm³ pour un degré de cristallinité compris entre 30 et 35% selon les variantes.

2.1.1.2.1 Architectures cristallines

Il existe différentes architectures d'organisation des cristaux. Les deux principales sont les *lamelles cristallines* isolées et les *sphérolites*.

Les lamelles cristallines sont les éléments de base de toutes les structures cristallines. Elles sont composées de chaînes de polymère repliées périodiquement sur elles-mêmes. Les chaînes voisines peuvent alors s'agréger suivant le même schéma formant ainsi des plaquettes. Ces petites régions cristallines, aussi appelées cristallites ou micelles, sont séparées par des régions amorphes.

Les sphérolites sont des agrégats de lamelles cristallines de forme sphérique. Les lamelles cristallines forment de fins « rubans » qui rayonnent du centre vers l'extérieur. Comme pour les lamelles cristallines, les sphérolites sont séparées par des régions amorphes mais il arrive parfois qu'elles empiètent les unes sur les autres lorsque la cristallisation s'achève dans des conditions thermiques favorables [Cal00; ED94; Gna94].

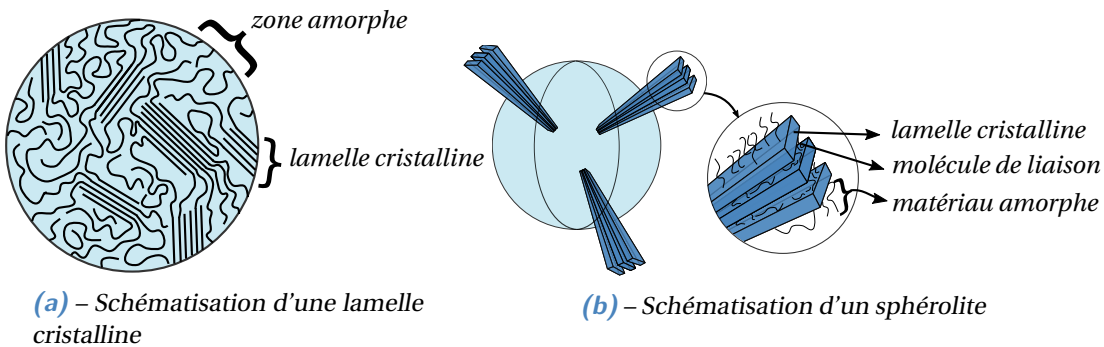


Figure 2.4 – Schématisation des deux principales formes de cristallinité d'un polymère. Inspirée des illustrations de [Cal00]

Les matériaux étudiés présentent principalement une architecture cristalline sous forme sphérolitique dont la proportion massique et la taille dépend des paramètres d'injection. Précisons toute fois que le PEEK atteint rapidement sa proportion massique maximale de cristallinité lors de l'injection [Che17]. Ils présentent également de la *transcristallinité*, forme lamellaire se développant en périphérie des fibres courtes de carbone [Cho17; Che17; Das12a; Cre14].

2.1.1.2.2 Températures caractéristiques et cristallisation

Les polymères thermoplastiques sont sensibles aux températures de mise en œuvre et de service. Dans le cas des thermoplastiques semi-cristallins, les phases cristallines et amorphes ne sont pas soumises aux mêmes mécanismes sous l'effet de la chaleur. Les phases cristallines font l'objet d'une cristallisation et d'une fusion tandis que les phases amorphes évoluent en franchissant une transition vitreuse. Nous présentons la caractérisation par DSC de ces différentes transitions pour une plaque de PEEK brut obtenue par DASRIAUX [Das12a] figure 2.5.

Température de transition vitreuse

La transition vitreuse affecte la phase amorphe du polymère semi-cristallin. Pendant le refroidissement, elle correspond à la température où la phase amorphe passe d'un état *caoutchouteux* à un état *solide*. Cette transition s'accompagne d'importants changements des propriétés physiques et mécaniques concernant la rigidité, la capacité calorifique et le coefficient de dilatation thermique (exemple

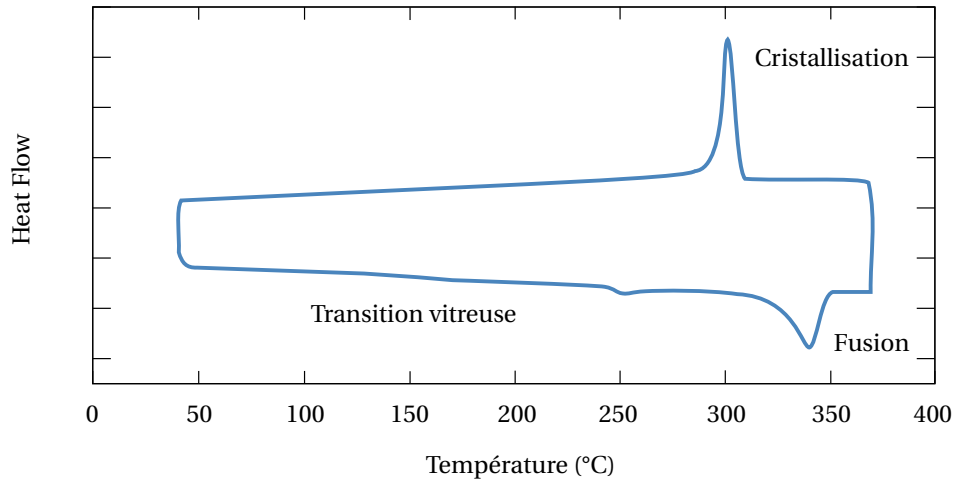


Figure 2.5 – Thermogramme obtenu par DSC à $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sur une plaque de PEEK brut. Résultats extraits des travaux de DASRIAUX [Das12a].

figure 2.6) [Bil15]. La température de transition vitreuse est d'autant plus élevée que le monomère est composé de groupes latéraux volumineux, de liaisons doubles et/ou de groupes aromatiques rendant la structure moléculaire plus rigide. Cela explique la température de transition vitreuse T_g élevée du PEEK (143°C). Il est alors considéré comme *thermostable* [Cal00; ED94].

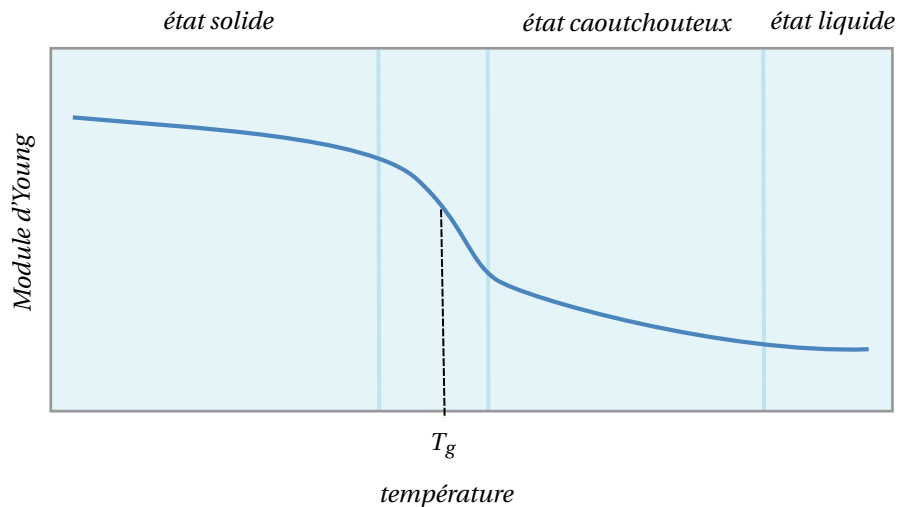


Figure 2.6 – Illustration de l'influence de la température sur le module d'Young d'un polymère amorphe. Inspiré des résultats présentés par BILLON dans [Bil15]

Température de fusion

Lorsqu'un polymère semi-cristallin est porté à sa température de fusion, les interactions à distance ne sont plus assez fortes pour compenser l'agitation moléculaire et les chaînes cristallines passent en phase amorphe. En pratique, plus cette température de fusion est élevée, plus les lamelles cristallines formées sont épaisses. La tenue en fusion d'un polymère dépend notamment de la température à laquelle il a été cristallisé [Cal00; ED94].

Mécanismes de cristallisation

Pour les matériaux semi-cristallins mis en forme à partir du fondu, la cristallisation intervient lorsque la température d'un polymère initialement fondu décroît en dessous du point de fusion qui est de 343°C pour le PEEK. Dans ce cas, des germes, instables au dessus de la température de fusion, apparaissent et croissent par arrangement et alignement de nouveaux segments de chaîne moléculaire. Cette germination est d'autant meilleure que la température diminue lentement [Cal00; Gna94].

Une autre façon d'apporter de l'énergie depuis le milieu extérieur est d'exercer un travail mécanique. Cette cristallisation sous contrainte apparaît lors d'un chargement tendant à aligner les chaînes moléculaires en formant des lamelles cristallines. Ce phénomène apparaît notamment lors de la mise en forme du matériau par exemple avec les sollicitations de cisaillement lors de l'injection [Amm01].

2.1.1.3 Les mécanismes physiques de déformation des thermoplastiques semi-cristallins

En conséquence du caractère multiphasique des thermoplastiques semi-cristallins, il existe plusieurs micro-mécanismes physiques de déformation à l'origine de la déformation macroscopique. Ainsi, les travaux de BOWDEN dans [Bow74] repris et complétés par ARGON dans [Arg05] portant sur le polyéthylène montrent que ces micro-mécanismes peuvent être principalement attribués aux déformations de la phase amorphe, des lamelles cristallines et des sphérolites. Dans cette section, nous présentons les principaux mécanismes à l'origine des déformations macroscopiques de ces matériaux de façon simplifiée comme proposé dans [Cal00].

2.1.1.3.1 Mécanisme de déformation des zones amorphes

Déformer une phase amorphe consiste à déformer et/ou déplacer soit les éléments constitutifs du polymère, soit ses chaînes polymériques. Ces chaînes, déformables, peuvent adopter différentes conformations pour s'adapter à la sollicitation externe par ré-organisation des groupements atomiques. Ces changements de conformations sont contraints en terme énergétique par les interactions de Van der Waals entre les atomes non-liés et les potentiels de torsion sur les cônes de valence dans les macromolécules. Ces ré-organisations conformationnelles sont a priori sensibles à la vitesse de sollicitation et à la température [Bil15].

2.1.1.3.2 Mécanismes de déformation des zones semi-cristallines

Ils consistent en premier lieu en des interactions entre les régions cristallines (plus raides) et des régions amorphes contiguës. En considérant dans un premier temps la déformation d'une lamelle cristalline, nous proposons de suivre ici la figure 2.8 inspirée de [Cal00] et qui illustre les principaux mécanismes. À l'état initial, nous avons deux lamelles cristallines identiques et parallèles séparées par une zone amorphe. Ensuite, sous l'effet d'un chargement extérieur, les lamelles commencent à s'orienter dans le sens de la sollicitation avant de finir par se dissocier. Enfin, les lamelles présentes

initialement se retrouvent rompues en plusieurs parties et totalement ré-orientées dans le sens de l'effort. Cette ré-orientation des lamelles conduit à une augmentation de la raideur locale. Ainsi, lorsqu'une zone est ré-orientée, les déformations se propagent dans les zones n'ayant pas encore été déformées et présentant une raideur inférieure. Nous arrivons au final à une structure totalement ré-orientée avant la rupture.

Dans le cas d'une structure de type sphérolite, les mécanismes à l'échelle des lamelles sont similaires. Néanmoins, nous pouvons distinguer plusieurs zones avec des comportements différents (voir figure 2.7) :

- dans les zones où les lamelles sont orientées dans une direction proche de celle de la sollicitation, nous pouvons observer une fragmentation des cristaux ainsi qu'un alignement global dans la direction de sollicitation de manière semblable à ce qui est décrit précédemment ;
- dans les zones transversalement opposées à la direction de sollicitation, la phase amorphe est fortement sollicitée et des glissements transverses dans la phase cristalline sont possibles ;
- enfin, dans les zones intermédiaires, les fortes sollicitations en cisaillement dans les phases amorphes et cristallines entraînent des glissements cristallins le long de l'axe des chaînes polymériques. Ces glissements conduisent progressivement à un alignement des lamelles dans le sens de la direction de sollicitation.

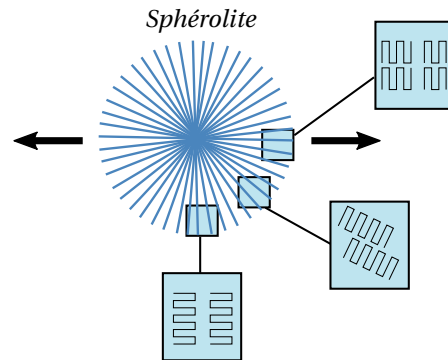


Figure 2.7 – Illustration des mécanismes de déformation d'une lamelle cristalline. Inspirée de [ED94]

Notons que les différents mécanismes présentés ici sont supposés ne pas générer d'endommagement (*i.e.* de surfaces libres). Ce point est très certainement discutable, à la lumière des résultats récents de la littérature et illustrant la génération de cavités au sein des sphérolites [Sel+16; SSL16].

2.1.1.4 Influence de l'environnement

Comme nous venons de le voir dans les sections précédentes, les thermoplastiques amorphes et semi-cristallins sont sensibles à la température. Ajoutons à cela que certains mécanismes physico-chimiques s'activent sous certaines autres conditions environnementales telles que la présence d'humidité, de certains agents chimiques et selon l'histoire thermique ou hygrothermique (vieillessement). Nous allons décrire certaines de ces influences et leurs conséquences sur les propriétés mécaniques du matériau.

Étant donné la complexité et la multitude des mécanismes en jeux, nous focalisons cet état de l'art au cas particulier des composites à matrice PEEK, sujets de notre étude.

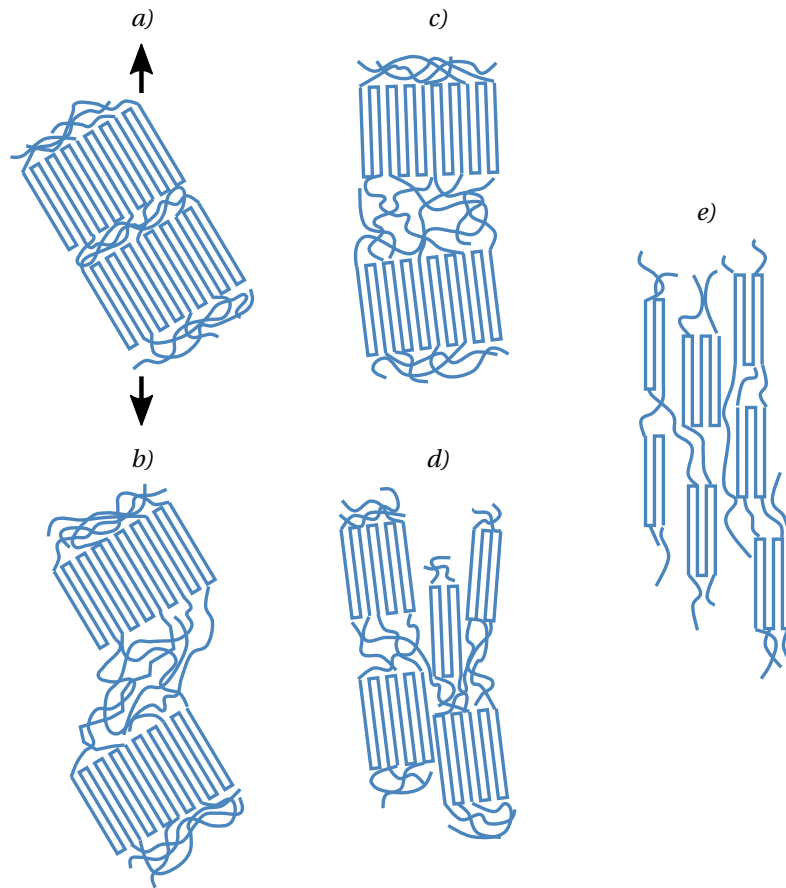


Figure 2.8 – Illustration des mécanismes de déformation d'une lamelle cristalline. Inspirée de [Cal00]

2.1.1.4.1 Influence de la température

Comme présenté au paragraphe 2.1.1.2.2 page 13, les propriétés chimiques des macromolécules constitutives des chaînes polymériques peuvent entraîner une dépendance des propriétés mécaniques du matériau à la température d'utilisation. Dans notre étude, nous sollicitons mécaniquement notre matériau à température ambiante soit pour une température proche de 23°C. Dans ces conditions, nous sommes éloignés de la température de transition vitreuse et donc notre matériau thermostable semi-cristallin présente une phase amorphe dans l'état vitreux.

Comme présenté dans le paragraphe 2.1.1.2.2 et sur la figure 2.6 page 14, les variations des propriétés mécaniques dans la phase vitreuse avec la température sont moins prononcées que durant la transition vitreuse et dans la phase caoutchouteuse.

Selon la documentation du fournisseur matériau et [Vil98], selon les grades et l'ajout ou non de renfort, les modules d'élasticité en flexion et traction varieraient de 0. à 2.5% pour le PEEK renforcé en fibres de carbone et de 3. à 4.% pour la matrice seule pour une variation de 23°C $\pm$ 2.5°C. Les essais DMTA présentés par [Inc11] confirment ce résultat et montrent également que la variation de viscosité

pour une faible élévation de température dans la gamme ambiante est négligeable, voir la figure 2.9. Nous considérons ainsi qu'une variation de quelques degrés autour de la température ambiante aura peu d'influence sur les résultats de nos campagnes expérimentales de caractérisation mécanique (voir chapitre 3, section 3.3.2 page 70). Nous pourrions ainsi nous affranchir de l'utilisation d'une enceinte régulée en température rendant les mesures infrarouges compliquées.

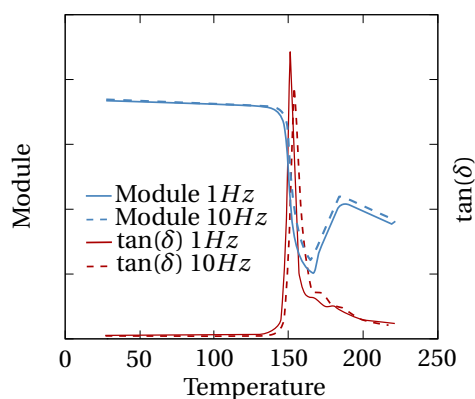


Figure 2.9 – Résultats de DMTA pour un PEEK issus de [Inc11].

2.1.1.4.2 Influence de l'humidité

Selon le fournisseur, quel que soit le grade et la présence ou non de renforts, les composites à matrice PEEK maintiennent leurs performances mécaniques même s'ils sont continuellement conditionnés dans l'eau et à haute température. Cela peut s'expliquer par le fait que la macromolécule du PEEK ne possède pas de groupement hydrophile qui la rendrait sensible à l'absorption d'eau.

Ainsi, comme pour la température, nous considérons pour la suite de l'étude que l'influence de l'hygrométrie est négligeable sur les performances mécaniques des matériaux étudiés. Dans ce cas, nous ne ferons pas nos campagnes expérimentales de caractérisation mécanique sous confinement hygrométrique.

2.1.1.4.3 Résistance aux environnements chimiques

D'après la documentation fournisseur et [Vil98], quel que soit le grade et la présence ou non de renforts, les matériaux à base de PEEK et particulièrement ceux renforcés en fibres de carbone, montrent une très bonne résistance à une large gamme d'environnements chimiques dans des conditions de fortes pressions, vitesses, températures et de contacts rugueux.

L'article [Vil98] précise les principales tenues aux environnements chimiques de ce polymère. Plus précisément, aucun solvant organique ne dissout le PEEK à température ambiante. L'acide sulfurique concentré et l'acide nitrique fumant le dégradent avec une dissolution pour le premier et sans pour le second. Les composés bromés peuvent également dégrader ce polymère.

Cette bonne résistance à de nombreux environnements chimiques justifie également l'étude de ce matériau pour notre application industrielle aéronautique où il peut être en contact permanent avec un fluide hydraulique pétrochimique ou autre.

2.1.1.4.4 Vieillissements

Ce sont des procédés de dégradation des propriétés physico-chimiques et mécaniques des polymères sous l'action de l'environnement extérieur et/ou du temps. Dans le cadre de notre étude, le vieillissement le plus probable est celui dit thermo-oxydatif. Il se produit pour des polymères exposés à l'air sous certaines conditions de température. Il se traduit par des coupures de chaînes polymériques entraînant une diminution de la masse molaire, de l'allongement à rupture et de la température de transition vitreuse. Pour une température donnée, la durée nécessaire pour que ce processus débute dépend du matériau considéré et doit faire l'objet d'une étude dépassant le cadre de cette thèse [Ver13].

Notons cependant que des études de vieillissement du PEEK renforcé en fibres courtes de carbone révèlent des mécanismes et influences différents sur le comportement du matériau si le vieillissement est opéré au-dessus ou au-dessous de la température de transition vitreuse. Dans le cas d'un vieillissement en-dessous de la T_g , il n'y a pas ou peu d'influence à court terme et, à long terme, le vieillissement se traduit par une baisse de l'allongement à rupture mais le comportement mécanique n'évolue pas ou peu [Cor16; Cou17]. Ainsi, nous considérons que le vieillissement n'aura aucun impact sur nos éprouvettes dans le cadre de notre étude (température étudiée très inférieure à la température de transition vitreuse et tests réalisés quelques mois après l'injection des éprouvettes).

2.1.2 Les thermoplastiques renforcés en fibres courtes

Les composites thermoplastiques renforcés en fibres courtes tels que celui de notre étude sont des matériaux bi-phasiques composés d'une matrice polymère possédant des propriétés physico-chimiques présentées dans la section précédente et des inclusions de forme ellipsoïdale pouvant être de différentes natures.

Après avoir présenté quelques généralités sur la mise-en-œuvre de ces matériaux, nous présentons les outils de description de la microstructure ainsi que les méthodes expérimentales de mesures et d'estimation par simulation numérique d'injection.

2.1.2.1 Généralités et mise-en-œuvre

Les pièces thermoplastiques fibrées sont obtenues dans un moule par injection. La matière première est constituée de granulés comportant les renforts enrobés de matrice. Ceux-ci sont progressivement chauffés jusqu'à atteindre la température de fusion et la matière est homogénéisée par un système de vis-sans-fin. La matière dosée est alors injectée sous l'action de la vis d'injection jusqu'à la pression de commutation et l'application d'un palier de compactage. Ensuite, la pièce refroidit de façon contrôlée avant d'être éjectée du moule.

Ce procédé permet d'obtenir des pièces aux géométries complexes et à une cadence industrielle intéressante. Néanmoins, il soulève des problèmes rhéologiques complexes : l'orientation et le placement des fibres se font en fonction de l'écoulement local de la matière en fusion. Alors, à l'état figé obtenu après refroidissement, il est évident que les propriétés mécaniques locales varieront fortement avec la distribution d'orientation dépendante des paramètres d'injection. La connaissance de la microstructure devient alors un point essentiel.

Cependant, différents travaux comme ceux de BAY et REDJEB montrent que pour un composite renforcé avec des fibres élancées injecté sous forme de plaque ou tube, nous obtenons une structure qualifiée classiquement de *cœur/peau* [Bay91; Red07]. Cette structure est composée :

- A) d'une fine couche de *sur-peau* où les fibres sont réparties de façon isotrope;
- B) d'une couche de *peau* où, en raison des importantes contraintes de cisaillement, les fibres sont majoritairement orientées suivant le sens de l'injection;
- C) d'une couche de *cœur* au centre de la structure où, en raison de la prépondérance des contraintes d'élongation, les fibres sont orientées majoritairement de façon transverse au sens de l'écoulement et de façon plus diffuse;
- D) de zones de transition entre les peaux et le cœur où les fibres passent aléatoirement, et plus ou moins brusquement d'une orientation longitudinale à transverse par rapport au sens d'injection.

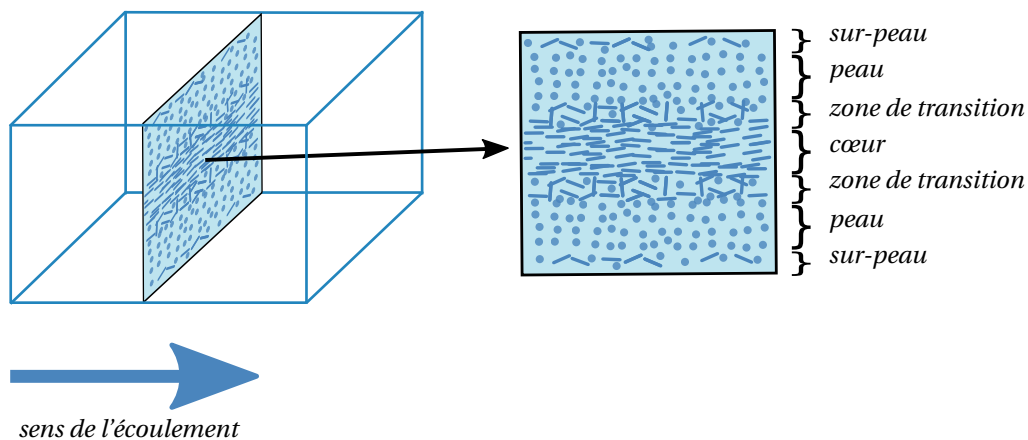


Figure 2.10 – Illustration de l'effet cœur/peau selon le modèle 7 couches proposé par [Bay91; Dra06]

Partant du constat que les sur-peaux et les couches de transition peuvent être très fines pour certains matériaux, KLIMKEIT propose de modéliser l'effet cœur/peau en ne considérant que les couches de peaux et celle de cœur [Kli09].

Ajoutons que durant ses travaux de thèse, DRAY BNSAHKOUN a montré que l'épaisseur du cœur augmenterait avec le taux massique de fibres du matériau mais aussi avec le facteur de forme $\beta = L/d$ où L et d sont respectivement la longueur et le diamètre moyen des fibres [Dra06].

2.1.2.2 Description de la microstructure

Suite aux précédentes sections, nos matériaux étant des composites à matrice thermoplastique renforcés de fibres courtes de carbone, nous pouvons retrouver deux sources principales d'hétérogénéités : 1) les hétérogénéités liées à l'orientation et à la répartition des fibres et, 2) les hétérogénéités liées à l'état semi-cristallin de la matrice. Cependant, étant données les performances mécaniques des fibres par rapport à celles de la matrice, nous faisons l'hypothèse que les hétérogénéités de la matrice sont négligeables. De plus, nous admettons que les fibres sont réparties de façon homogène dans l'ensemble de la structure et donc que la fraction massique de fibres est constante.

Ainsi, seuls les problèmes liés à la distribution des fibres et leurs influences sur le comportement mécanique restent à quantifier. Pour cela, nous allons présenter un état de l'art concernant la représentation mathématique des distributions sous forme de *tenseur d'orientations* des fibres. Ensuite, nous présenterons les principales méthodes de mesures expérimentales et de simulations d'injection mesurant/estimant ces tenseurs, représentations mathématiques de la microstructure locale.

2.1.2.2.1 Outils mathématiques

Dans une base $(O, \underline{u}_1, \underline{u}_2, \underline{u}_3)$, l'orientation d'une fibre peut être définie par son élongement et les angles d'Euler θ et ϕ . Dans la littérature [Adv87; OCo91; Ebe01], différentes conventions sont respectées :

- l'axe $\underline{u}_1$ est l'axe d'écoulement de la matière durant l'injection;
- l'axe $\underline{u}_3$ est la normale au plan d'injection;
- θ , nommé l'angle d'inclinaison, représente l'angle entre $\underline{u}_3$ et l'axe principal de la fibre;
- ϕ , l'angle azimutal, représente l'angle entre l'axe $\underline{u}_1$ et la projection de la fibre dans le plan $(\underline{u}_1, \underline{u}_2)$.

Suivant ces définitions et en considérant qu'une fibre n'a pas de sens, nous pouvons ajouter que $\theta \in [0^\circ, 180^\circ]$ et $\phi \in [-90^\circ, 90^\circ]$.

Dans les pièces industrielles injectées, en raison du grand nombre de fibres, la prise en compte de l'orientation de chacune des fibres serait déraisonnable. Ainsi, différents outils mathématiques sont mis en place comme la notion de distribution d'orientation ψ qui permet d'estimer la probabilité d'une fibre de se trouver selon un angle solide ω dans un volume donné. Ainsi, la fonction $\underline{p} \rightarrow \psi(\underline{p})$ est paire et, $\int_{4\pi} \psi(\underline{p}) d\omega = 1$.

Certains auteurs [Fol83; Adv87; Jai92] proposent d'écrire cette fonction de distribution d'orientation en fonction des angles θ et ϕ tel que la probabilité p que la fibre soit contenue entre les angles $[\theta_1, \theta_1 + d\theta]$ et $[\phi_1, \phi_1 + d\phi]$ soit :

$$p([\theta_1, \theta_1 + d\theta], [\phi_1, \phi_1 + d\phi]) = \psi(\theta_1, \phi_1) \sin(\theta_1) d\theta d\phi$$

Tenseurs d'orientation

La fonction de distribution d'orientation ψ procure une description statistique complète de l'orientation des fibres pour un volume donné. Cependant, un autre outil de description de la microstructure est majoritairement utilisé dans l'industrie : le tenseur d'orientation. D'abord introduit par HAND dans [Han62], ils sont les moments statistiques d'ordre pair de ψ . Nous définissons ainsi principalement les tenseurs d'orientation d'ordre 2, $\underline{\underline{a}}^\psi$, et d'ordre 4, $\mathbf{A}^\psi$, par :

$$\underline{\underline{a}}^\psi = \left(\int_{\Omega} p_i p_j \psi(\underline{p}) d\omega \right) \underline{u}_i \otimes \underline{u}_j$$

$$\mathbf{A}^\psi = \left(\int_{\Omega} p_i p_j p_k p_l \psi(\underline{p}) d\omega \right) \underline{u}_i \otimes \underline{u}_j \otimes \underline{u}_k \otimes \underline{u}_l$$

avec $i, j, k, l \in [1, 3]$

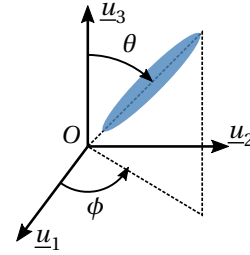


Figure 2.11 – Position d'une fibre dans la base $(O, \underline{u}_1, \underline{u}_2, \underline{u}_3)$ caractérisée par son élongation et les angles d'Euler (θ, ϕ)

La connaissance de la distribution d'orientation complète ψ équivaut à la connaissance de tous ses moments statistiques. Cependant, les moments d'ordres 2 et 4 contiennent généralement suffisamment d'information. Fort de ce constat, il est possible d'aboutir à un développement de la distribution d'orientation selon ses moments pairs et, il est montré qu'une reconstruction à l'ordre 4 constitue généralement une bonne approximation de ψ [Adv87].

Par définition, les tenseurs d'orientation d'ordres 2 et 4 sont symétriques et normalisés. Ainsi, pour le tenseur d'ordre 2, $a_{ij} = a_{ji}, \forall i, j \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$, pour le tenseur d'ordre 4, toute permutation des indices i, j, k, l avec $i, j, k, l \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$ laisse a_{ijkl} constant et, leur trace vaut 1. Une autre propriété de ces tenseurs est que tout tenseur d'ordre $n + 1$ peut décrire le tenseur d'ordre n . Ainsi, en connaissant le tenseur d'ordre 4, nous connaissons totalement le tenseur d'ordre 2.

Pour illustrer cela, en considérant une seule fibre dans le repère $(\underline{u}_1, \underline{u}_2, \underline{u}_3)$ et d'orientation (θ_k, ϕ_k) , nous pouvons écrire le tenseur d'ordre 2 de la k^e fibre, $\underline{\underline{a}}^k$, sous la forme :

$$\underline{\underline{a}}^k = \begin{pmatrix} \sin^2(\theta_k) \cos^2(\phi_k) & \sin^2(\theta_k) \cos(\phi_k) \sin(\phi_k) & \sin(\theta_k) \cos(\theta_k) \cos(\phi_k) \\ \sin^2(\theta_k) \cos(\phi_k) \sin(\phi_k) & \sin^2(\theta_k) \sin^2(\phi_k) & \sin(\theta_k) \cos(\theta_k) \sin(\phi_k) \\ \sin(\theta_k) \cos(\theta_k) \cos(\phi_k) & \sin(\theta_k) \cos(\theta_k) \sin(\phi_k) & \cos^2(\theta_k) \end{pmatrix}$$

Pour un volume V contenant n fibres, nous obtenons le tenseur d'orientation moyen en moyennant les contributions de chacune des fibres tel que :

$$\underline{\underline{a}}^V = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \underline{\underline{a}}^k$$

Repère matériel local

Le tenseur $\underline{\underline{a}}^\psi$ étant symétrique, au regard du théorème spectral, il existe une base orthonormale $(\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$ appelée *repère matériel local* telle que $\underline{\underline{a}}^\psi$ est diagonale. Dans ce cas, les $\underline{e}_i, \forall i \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$ représentent les vecteurs propres de $\underline{\underline{a}}^\psi$ associé aux valeurs propres $a_i, \forall i \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$ et sont ordonnés de façon à avoir $a_1 \geq a_2 \geq a_3$. En se plaçant dans ce repère, nous pouvons ainsi alléger l'écriture du tenseur $\underline{\underline{a}}^\psi$ et se représenter plus facilement la microstructure présente comme nous l'illustrons dans un cas 2D sur la figure 2.12 page suivante.

Cependant, le tenseur d'ordre 2 ne permet pas d'obtenir une description complète de l'orientation comme l'illustre la figure 2.13. En effet, dans cet exemple, nous avons $\underline{\underline{a}}^{(a)} = \underline{\underline{a}}^{(b)}$ tandis que les microstructures $a)$ et $b)$ sont différentes mais isotropes en moyenne sur le volume considéré.

Équations de fermeture

Dans la pratique, comme nous allons le voir dans les paragraphes suivants, les codes de calcul d'injection et les méthodes de mesures expérimentales se limitent à fournir le tenseur d'orientation d'ordre 2. Cependant, nous avons vu qu'une reconstruction de ψ à l'ordre 4 est nécessaire pour avoir une description satisfaisante de l'orientation, celle-ci faisant intervenir les tenseurs d'orientation d'ordre 2 et 4. Ainsi, des équations extrapolant $\mathbf{A}^\psi$ en connaissant $\underline{\underline{a}}^\psi$ ont été développées et portent le nom d'équations de fermeture. Nous pouvons les recenser selon deux grandes familles majoritairement utilisées.

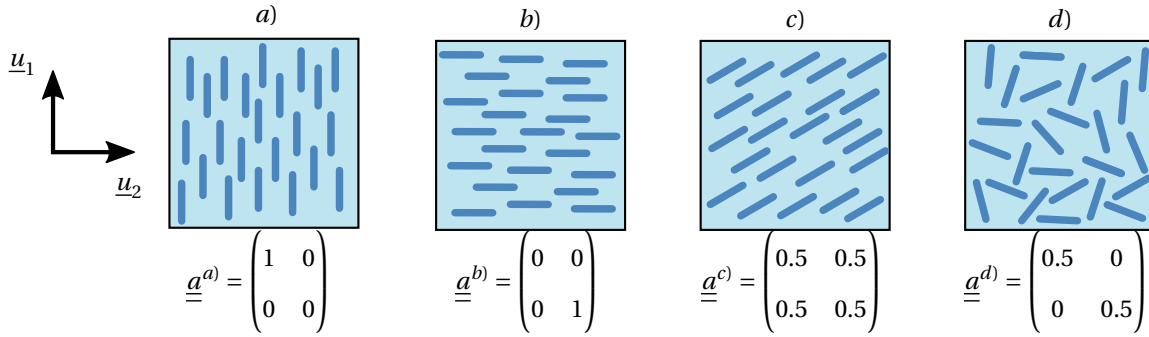


Figure 2.12 – Illustration du tenseur d'orientation d'ordre deux en 2D

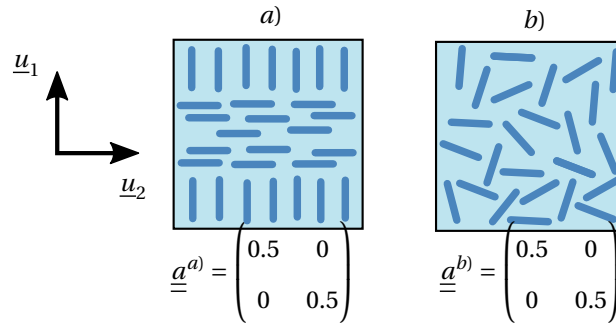


Figure 2.13 – Illustration de l'imprécision des tenseurs d'orientation d'ordre deux en 2D

Équations de fermeture classiques

Exacte dans le cas d'une distribution isotrope, l'équation de fermeture linéaire [Han62], est une estimation de $\mathbf{A}^\psi$ selon :

$$\mathbf{A}^L = \frac{1}{7} \left(\underline{\underline{I}} \otimes \underline{\underline{a}}^\psi + \underline{\underline{a}}^\psi \otimes \underline{\underline{I}} + \mathbf{D}(\underline{\underline{a}}^\psi, \underline{\underline{I}}) \right) - \frac{1}{35} (2\mathbf{I} + 3\mathbf{K})$$

avec $\underline{\underline{I}}$, le tenseur identité d'ordre 2 ; $\mathbf{I}$, le tenseur identité d'ordre 4 ; $\mathbf{K}$, le projecteur sur la partie sphérique et $\mathbf{D}(\cdot, \cdot)$ un opérateur sur les tenseurs d'ordre 2 tel que : $D_{ijkl}(\underline{\underline{a}}, \underline{\underline{b}}) = a_{ik}b_{jl} + a_{il}b_{jk} + a_{jl}b_{ik} + a_{jk}b_{il}$, $\forall i, j, k, l \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$.

L'équation de fermeture quadratique, [Doi81], est une estimation de $\mathbf{A}^\psi$ selon :

$$\mathbf{A}^Q = \underline{\underline{a}}^\psi \otimes \underline{\underline{a}}^\psi$$

Dans ce cas, l'approximation est exacte pour une distribution unidirectionnelle. Aussi, elle respecte les symétries mineures et majeures mais n'est pas complètement symétrique contrairement à $\mathbf{A}^\psi$ de ce fait, certains auteurs rejettent d'office son utilisation [Jac07].

ADVANI et *al.* [Adv87; Cin95] ont développé une équation dite hybride à partir d'une pondération des deux équations précédentes de façon à former une expression exacte dans les deux cas isotrope et unidirectionnelle :

$$\mathbf{A}^{HA} = (1 - f_A)\mathbf{A}^L + f_A\mathbf{A}^Q$$

Avec f_A construite de façon à avoir 0 dans le cas isotrope et 1 dans le cas UD. ADVANI proposent l'expression suivante : $f_A = \frac{3}{2}\underline{\underline{a}}^\psi : \underline{\underline{a}}^\psi - \frac{1}{2}$ ou $f_A = 1 - 27 \times \det(\underline{\underline{a}}^\psi)$.

Équations de fermeture orthotropes

Plus récemment, CINTRA et TUCKER dans [Cin95] se sont intéressés à des approximations orthotropes du tenseur d'orientation d'ordre 4. Le principe est de se placer dans la base propre du matériau et de construire¹ le tenseur d'ordre 4 sous la forme suivante :

$$\mathbf{A}_{(\underline{\underline{u}}_i)}^{\text{OR}} = \begin{pmatrix} \bar{A}_{1111} & \bar{A}_{1122} & \bar{A}_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{A}_{1122} & \bar{A}_{2222} & \bar{A}_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{A}_{1133} & \bar{A}_{2233} & \bar{A}_{3333} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \bar{A}_{1212} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{A}_{1313} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{A}_{2323} \end{pmatrix}$$

La barre supérieure indique que les coefficients sont exprimés dans le repère matériel local. Les équations de fermeture orthotropes consistent en la construction de trois fonctions polynomiales :

$$\bar{A}_{iiii}(a_1, a_2) = C_{i1} + C_{i2}a_1 + C_{i3}a_1^2 + C_{i4}a_2 + C_{i5}a_2^2 + C_{i6}a_1a_2$$

Avec C une matrice 3×6 de coefficients définis à partir de configurations spécifiques d'orientation de fibres. Les autres composantes de la matrice sont obtenues par une combinaison linéaire de $(a_i, \bar{A}_{iiii})$, $\forall i \in [1, 3]$. Il reste ensuite à transférer la matrice dans la base d'étude.

Nous avons alors deux types d'équations de fermeture pour cette construction orthotrope. La première, dite de *fermeture souple (ORS)* (ou *smooth version*), est une interpolation linéaire entre les trois états d'orientation : UD, isotrope (ISO) et isotrope transverse (ISOT). DOGHRI dans [Dog05] propose par exemple d'approximer $\mathbf{A}$ tel que :

$$\mathbf{A} = \alpha_1\mathbf{A}^{\text{UD}} + \alpha_2\mathbf{A}^{\text{ISO}} + \alpha_3\mathbf{A}^{\text{ISOT}}$$

avec $\mathbf{A}^{\text{UD}}$ obtenu à partir de la fermeture quadratique; $\mathbf{A}^{\text{ISO}}$ et $\mathbf{A}^{\text{ISOT}}$ obtenus à partir de la fermeture hybride; $\alpha_1 = \frac{a_1 - a_2}{a_1}$; $\alpha_2 = \frac{a_2 - a_3}{a_1}$ et $\alpha_3 = \frac{a_3}{a_1}$.

Le deuxième type d'équation de fermeture, dite de *fermeture ajustée (ORF)*, repose sur le même principe mais avec une interpolation quadratique plus précise basée sur le sextuplé $\{1, a_1, a_1^2, a_2, a_2^2, a_1a_2\}$ pour déterminer les trois coefficients $\bar{A}_{iiii}$, $i \in [1, 3]$, [Cin95; Chu01]. Dans le cadre d'une étude d'un polyarylamide chargé en fibres de verre, DRAY et *al.* ont montré dans [Dra07] que la formulation ORF donne de meilleurs résultats que l'ORS. Auparavant, LAUNAY était arrivé à la même conclusion dans ses travaux de thèse [Lau11]. Cependant, il a fait le choix d'utiliser la fermeture ORS pour la modélisation du comportement de son polyamide 66 chargé en fibres de verre car les coefficients d'interpolation ne dépendent pas d'une caractérisation effectuée dans des cas particuliers. Il préférerait

1. en notations de Voigt

ainsi faire le choix de la robustesse au détriment de la précision mais estime que l'utilisation de la formulation ORF serait probablement un axe d'amélioration de son modèle [Lau+13; Lau11].

Bien que d'autres méthodologies et équations de fermeture aient été développées², nous avons résumé ici les approches les plus courantes. Initialement développée pour simuler le modèle d'évolution de l'orientation et donc approximer l'équation d'évolution de Folgar et Tucker ([Fol83]), une équation de fermeture peut être nécessaire pour la détermination de certaines propriétés mécaniques comme nous le verrons par la suite.

2.1.2.2.2 Mesure expérimentale

Le paragraphe précédent présente l'outil majoritairement utilisé dans l'industrie pour décrire la microstructure locale : les tenseurs d'orientation. Comme nous venons de le voir, les tenseurs d'ordre 2 et 4 suffisent pour décrire convenablement la distribution moyenne d'orientation des fibres pour un volume donné. Cependant, la connaissance du tenseur d'ordre 2 est elle insuffisante. Pourtant, en pratique, seul le tenseur d'ordre 2 est mesuré expérimentalement car il ne comporte que cinq composantes indépendantes contre les 13 du tenseur d'ordre 4. Pour cela, différentes méthodes d'analyses sont possibles.

Nous pouvons distinguer des méthodes non-destructives et destructives. Les premières ont l'avantage de ne pas endommager l'échantillon et donnent potentiellement accès à des mesures de la microstructure au cours des essais. Généralement basée sur les différences d'absorptions des phases, l'observation est principalement réalisée par microscopie en transmission ou par microradiographie de contact pour des analyses bi-dimensionnelles mais également par tomographie qui permet d'obtenir des images tridimensionnelles du matériau renforcé. Ces méthodes possèdent l'inconvénient d'être plus difficilement mises en œuvre que les méthodes classiques destructives et limitent les zones d'observation. Sortant du cadre des travaux de cette thèse, nous ne nous attardons pas sur leur description. Le lecteur intéressé pourra se référer à l'état de l'art réalisé par DRAY BENSARKOUN durant ses travaux de thèse [Dra06] ou aux travaux de thèse plus récent de ROLLAND [Rol17].

Principe d'analyse

Les méthodes destructives reposent sur l'observation microscopique de différentes coupes polies de l'échantillon. Si nous les considérons comme ayant une section circulaire, leur intersection avec ce plan forme des empreintes elliptiques comme nous le montrons figure 2.14a page suivante. En connaissant les grand et petit axes a et b , le centre d'inertie (C_x, C_y) (centre de la fibre) ainsi que les moments d'inertie du second ordre (M_{xx}, M_{xy}, M_{yy}) de chacune des ellipses, nous pouvons alors en déduire une estimation des orientations. Cependant, comme illustré sur la figure 2.14b page suivante, nous ne pouvons pas connaître *a priori* le signe de θ .

Choix de l'observation microscopique

Deux choix sont majoritairement employés : la microscopie optique [Fis88; Hin93; Dra06] et la microscopie électronique à balayage [Dra06; Sai03]. Avec des grossissements de 10 à 10⁵ en moyenne, la microscopie électronique à balayage permet d'observer des objets plus petits que la microscopie optique où les grossissements sont généralement compris entre 5 et 1500. Cependant, dans le cas des composites renforcés en fibres courtes, nous cherchons à observer une population de fibres dont la

2. Nous retrouvons notamment des équations de fermeture basées sur les invariants de $\underline{\underline{a}}^\psi$ ou du sixième ordre permettant de modéliser le couplage cisaillement/cisaillement [Jac07]

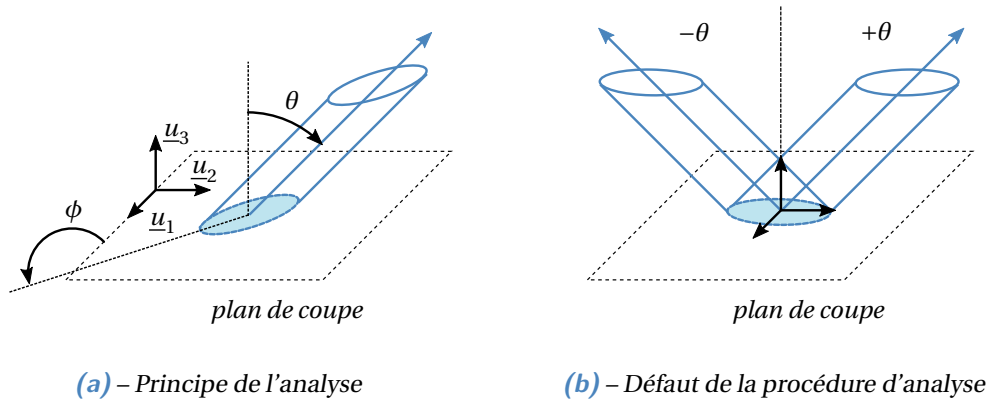


Figure 2.14 – Principe de l'analyse expérimentale de la microstructure

longueur varie couramment de quelques à plusieurs centaines de microns pour des diamètres inférieurs à la dizaine de microns. Ainsi, le choix de la méthode d'observation ne se fait pas en fonction de ce critère.

Le contraste entre les différentes phases du matériau sur les micrographies est le critère principal. S'il est insuffisant, il devient difficile de réaliser l'analyse par traitement numérique d'image. Le choix de la technologie dépend ainsi principalement du matériau étudié.

Détermination de la distribution tridimensionnelle

Utiliser une observation d'une seule coupe bidimensionnelle soulève au moins deux problèmes de détermination de la distribution d'orientation tridimensionnelle.

Le premier, dans le cadre de l'étude de l'orientation de la microstructure d'une plaque injectée présentant un effet cœur/peau, si le plan de coupe est orthogonal par rapport à la direction principale d'écoulement du fluide, une grande proportion des fibres est normale au plan d'observation. La probabilité d'interception de ces fibres avec le plan d'observation est élevée. L'autre majorité des fibres sont colinéaires au plan de coupe. Dans ce cas, leur probabilité d'intersection avec le plan d'observation diminue (θ proche de 90°). Ainsi, le nombre de fibres pour lesquelles θ est proche de 90° est sous-estimé par rapport au nombre de fibres normales au plan de coupe. Pour palier ce problème, certains auteurs utilisent des facteurs correctifs empiriques basés sur des considérations géométriques et le taux massique ou volumique de renforts afin d'augmenter artificiellement le nombre de fibres à forte inclinaison [EC01].

Le deuxième concerne l'indétermination du signe de θ . Dans la littérature plusieurs méthodes sont proposées. Pour les matériaux opaques renforcés en fibres courtes, AVÈROUS [Avè98] proposent de réaliser des mesures MEB sur des échantillons bien préparés et avec un réglage adapté. Nous observons alors une trainée grise du côté de la fuite de la fibre dans la direction hors plan. Ensuite, en réalisant deux seuillages³, il est possible de lever l'indétermination sur l'orientation de θ [Avè98]. D'autres auteurs proposent d'observer et combiner l'orientation des fibres à partir de deux ou trois coupes orthogonales [Avè98; Mle99b; Mle99c]. Cependant, cette méthode est longue et difficile à mettre au

3. Un premier seuillage fait ressortir uniquement la fibre pour obtenir les dimensions de l'ellipse et un deuxième fait ressortir la fibre ainsi que sa trainée de fuite pour guider le choix de l'angle θ .

point car les coupes successives de l'échantillon doivent être précises et polies avant chaque observation.

Pour contrer ces deux problèmes de facteur correctif et de détermination de la distribution tridimensionnelle, pour une plaque injectée, DRAY BENSAHKOUN [Dra06] propose dans ses travaux de thèse d'effectuer une observation de la microstructure dans une coupe à $\pm 45^\circ$ par rapport au sens d'injection. La probabilité d'intersection d'une fibre ayant un angle θ proche de 90° est plus proche de celle ayant un angle proche de 0° car ces deux orientations opposées ne sont plus dans des plans normaux ou colinéaires au plan d'observation. En plus de cela, la résolution des fibres qui étaient normales au plan d'observation est améliorée car elles apparaissent sous une forme ellipsoïdale plus prononcée. Enfin, la connaissance du signe de l'angle θ devient possible en considérant que la plupart des fibres sont orientées dans le plan d'injection [Bai91], ainsi nous pouvons considérer que toutes les fibres sont contenues entre deux plans orientés $\pm 45^\circ$ autour du plan d'injection soit $\theta \in [45^\circ, 135^\circ]$. DRAY BENSAHKOUN montre, comme illustré figure 2.15, qu'avec une observation d'une coupe à 45° par rapport au plan d'injection, nous pouvons alors déterminer la bonne valeur de θ [Dra06].

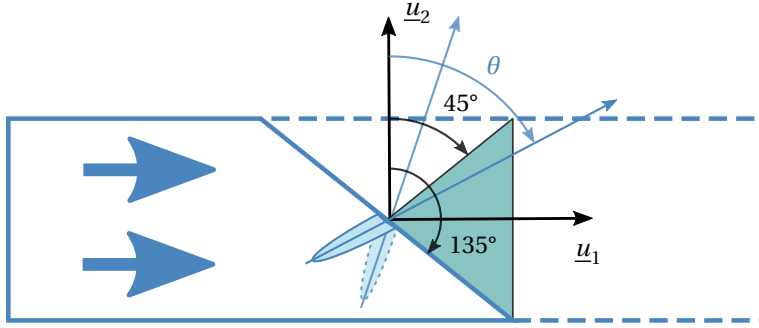


Figure 2.15 – Détermination de la distribution tridimensionnelle avec la méthode de coupe à 45° par rapport à la direction d'injection, [Dra06]

2.1.2.2.3 Simulation d'injection

Les simulations d'injection visent à estimer la distribution d'orientation locale des fibres pour des paramètres d'injection et un matériau donnés. Pour cela, des équations d'évolution de l'orientation d'une fibre seule soumise à un fluide newtonien de vortacité $\underline{\underline{\omega}}$ sont proposées.

S'inspirant des travaux de JEFFERY [Jef22], FOLGAR et TUCKER [Fol84] proposent de décrire l'évolution de l'orientation d'une fibre par l'évolution de son tenseur d'orientation d'ordre 2 de la façon suivante :

$$\frac{d\underline{\underline{a}}^\psi}{dt} = -\frac{1}{2}(\underline{\underline{\omega}} \cdot \underline{\underline{a}}^\psi - \underline{\underline{a}}^\psi \cdot \underline{\underline{\omega}}) + \frac{1}{2}\lambda(\underline{\underline{\dot{\gamma}}} \cdot \underline{\underline{a}}^\psi + \underline{\underline{a}}^\psi \cdot \underline{\underline{\dot{\gamma}}} - 2\underline{\underline{\mathbf{A}}}^\psi : \underline{\underline{\dot{\gamma}}}) + 2C_I \underline{\underline{\dot{\gamma}}}(\mathbf{I} - 3\underline{\underline{a}}^\psi) \quad (2.1)$$

avec $\underline{\underline{\dot{\gamma}}}$ le taux de déformation, C_I le coefficient d'interaction phénoménologique entre les fibres et λ un facteur géométrique de la fibre fonction du rapport de forme. Notons que le choix de la description de l'évolution de l'orientation des fibres est porté sur l'évolution du tenseur d'ordre 2 étant donné la complexité des calculs et la quantité des données numériques à stocker. Cette équation d'évolution fait cependant apparaître le tenseur d'orientation d'ordre $n + 1$ qui est estimé à partir des équations de fermeture précédemment présentées.

Actuellement, plusieurs logiciels de simulation commerciaux tels que MOLDFLOW® s'appuient sur cette équation d'évolution de FOLGAR et TUCKER. Cependant, ils ajoutent un paramètre scalaire supplémentaire D_z afin de réduire la possibilité des fibres de s'orienter en dehors du plan d'écoulement en accord avec diverses observations expérimentales (prédiction de l'effet cœur/peau) :

$$\frac{d\underline{\underline{a}}^\psi}{dt} = -\frac{1}{2}(\underline{\underline{\omega}} \cdot \underline{\underline{a}}^\psi - \underline{\underline{a}}^\psi \cdot \underline{\underline{\omega}}) + \frac{1}{2}\lambda(\underline{\underline{\dot{\gamma}}} \cdot \underline{\underline{a}}^\psi + \underline{\underline{a}}^\psi \cdot \underline{\underline{\dot{\gamma}}} - 2\underline{\underline{\mathbf{A}}}^\psi : \underline{\underline{\dot{\gamma}}}) + 2C_I \underline{\underline{\dot{\gamma}}} (\mathbf{I} - (2 + D_z)\underline{\underline{a}}^\psi)$$

Les coefficients C_I et D_z sont obtenus de façon empirique et nécessitent de pouvoir confronter les prédictions numériques aux mesures expérimentales. Précisons aussi que d'autres équations d'évolution sont disponibles. Comme le modèle *Reduced Strain Closure* développé par WANG diminuant l'alignement des fibres dans le sens d'écoulement de l'injection sur-estimé par le modèle d'évolution 2.1 page précédente, [Wan10].

2.2 Matériaux investigués

Dans cette section, nous allons présenter les différents matériaux ayant servi de support à notre étude. Pour des raisons de confidentialité, nous ne mentionnerons ni le fournisseur ni la majorité des grandeurs numériques propres aux différents matériaux. Cependant, lorsque cela sera nécessaire pour la compréhension des hypothèses et des résultats, nous présenterons ces données de façon adimensionnée. Le lecteur intéressé pourra se référer aux valeurs présentées dans la littérature pour différents matériaux composites à matrice PEEK [Vil98; Auc09; Cre14].

Tout au long de l'étude, nous nous baserons sur un PEEK renforcé en fibres courtes de carbone à hauteur de 30% en masse que nous nommerons matériau A. Il nous servira de référence et sera le seul étudié pour la détermination de la loi de comportement phénoménologique mécanique. Dans le cadre d'une étude de l'influence du grade de la matrice et/ou de la quantité de renfort sur la durée de vie, nous étudierons aussi trois autres matériaux : B, C et D tels que :

- A :** matériau de référence, étudié pour différentes géométries d'éprouvettes comme nous le verrons par la suite;
- B :** matériau similaire au A mais provenant d'un fournisseur différent;
- C :** matrice thermoplastique similaire mais différente du matériau A;
- D :** même matrice que le matériau B mais avec un taux de renfort passant de 30% en masse à 40%.

2.2.1 La matrice

Rappelons les différentes conclusions issues de l'étude bibliographique 2.1 page 9. Quel que soit le matériau, la matrice polymère est composée de poly-éther-éther-cétone (PEEK) dont le monomère est représenté figure 2.1 page 10.

Ce monomère possède une structure linéaire conférant une bonne compaction des chaînes et donc une masse volumique importante ($\approx 1.3 \text{ g/cm}^3$). De plus, ce monomère est composé de plusieurs cycles aromatiques entraînant une température de transition vitreuse élevée : 143°C. Ajoutons que le PEEK possède une structure semi-cristalline avec un degré de cristallinité compris entre 30 et 35% selon les variantes de grades, les conditions de mise en œuvre et le taux de renfort considéré.

Dans cette étude, nous nous focalisons sur une plage de température voisine de l'ambiante donc éloignée de la T_g . Ainsi, nous considérons l'impact de la variation de la température sur les propriétés mécaniques comme suffisamment faible pour s'affranchir de l'utilisation d'une enceinte thermique

durant les campagnes d'essais. Les propriétés mécaniques de ces matériaux sont par ailleurs peu dépendantes de l'hygrométrie. Nous réaliserons donc nos essais dans un environnement ambiant.

2.2.2 Les fibres

Les renforts dans nos composites sont des fibres de carbone avec un taux massique de 30% pour les matériaux *A*, *B* et *C* et, un taux massique de 40% pour le matériau *D*. La longueur et le diamètre moyens des fibres sont respectivement inférieurs à 200 et $10\mu m$.

Une étude plus approfondie a été menée par Safran Landing Systems sur la géométrie des fibres présentes dans le matériau *A*. Une extraction des fibres par dissolution d'un échantillon a été réalisée afin de connaître la répartition des longueurs et des diamètres pour une population donnée et suffisamment grande de fibres pour être considérée comme représentative. Les résultats adimensionnés sont présentés sur les histogrammes figure 2.16. Comme nous pouvons le voir, le diamètre des fibres est très faiblement dispersé contrairement à la longueur des fibres qui possède un écart type de l'ordre de la moitié de la longueur moyenne des fibres. Ainsi, il est approximatif de fixer un facteur de forme représentatif de l'ensemble de la population de fibres.

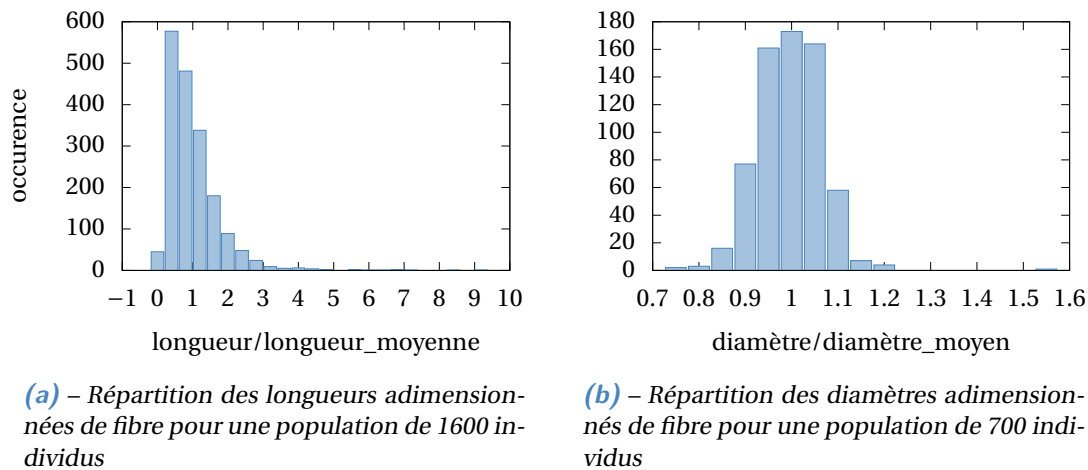


Figure 2.16 – Répartition des grandeurs caractéristiques des fibres

Les différentes observations microscopiques de coupe des matériaux montrent que la répartition des fibres est homogène tout au long des échantillons étudiés. Il ne semble pas y avoir de variation spatiale du taux volumique.

Différentes observations des fibres par microscopie électronique à balayage ont également été réalisées par Safran Landing Systems. Quelques clichés figure 2.17 montrent la géométrie particulière des fibres. Nous sommes en présence de deux types de fibres : à géométrie cylindrique mais aussi quelques unes dont la section droite possède une forme de « haricot ». Les fibres ayant cette géométrie particulière sont majoritairement présentes et possèdent un facteur de forme de section moyen de 1.5. Cela risque d'affecter l'analyse de l'orientation des fibres avec les méthodes classiques présentées au paragraphe 2.1.2.2.2 page 25.

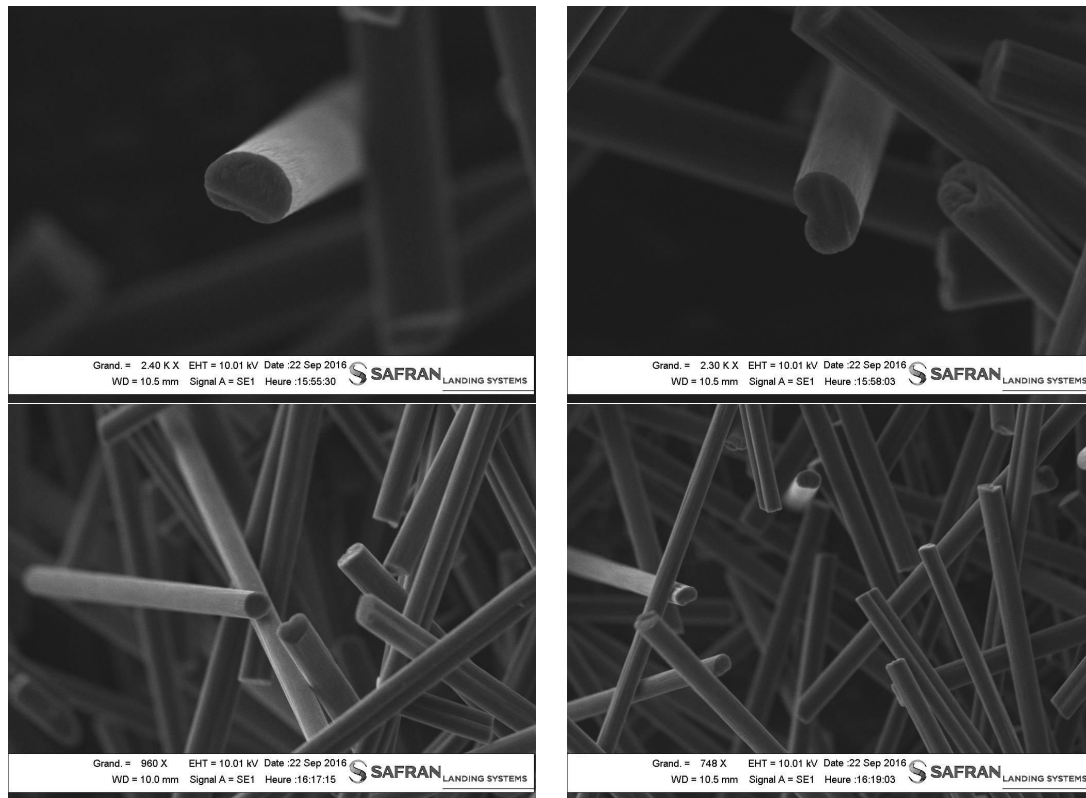


Figure 2.17 – Observation MEB de la géométrie réelle des fibres

2.2.3 Le composite : propriétés physico-chimiques

Pour nos études, nous avons besoin de différentes grandeurs physico-chimiques notamment de la capacité calorifique à pression constante c_p et de la masse volumique du matériau ρ . Lors du procédé d'injection, ces paramètres peuvent évoluer par rapport aux données fournisseur. De ce fait, des mesures ont été réalisées au laboratoire IRDL.

Une première caractérisation a été effectuée par DSC pour déterminer la capacité calorifique du matériau A et son évolution avec la température. La figure 2.18 illustre les résultats obtenus après avoir été adimensionnés par un scalaire réel x . Lors de nos essais, la température ambiante varie principalement entre 20 et 25°C. Une identification linéaire de l'évolution de c_p en fonction de cette plage de température donne une approximation fiable ($R = 0.99$) comme nous pouvons le voir sur cette figure. La seconde caractérisation concerne la masse volumique des matériaux par pesée différentielle dans l'air et dans l'eau à l'aide d'une balance de précision. En prenant le matériau A comme référence, nous avons les valeurs récapitulées dans le tableau 2.1 page suivante pour les 3 autres matériaux.

2.3 Outil de description de la microstructure

Dans les sections précédentes, nous avons évoqué que l'emploi de ces matériaux composites soulève des problèmes rhéologiques complexes car la répartition et la distribution d'orientation des fibres sont dépendantes des conditions d'injection et du matériau. L'évaluation de cette microstructure est

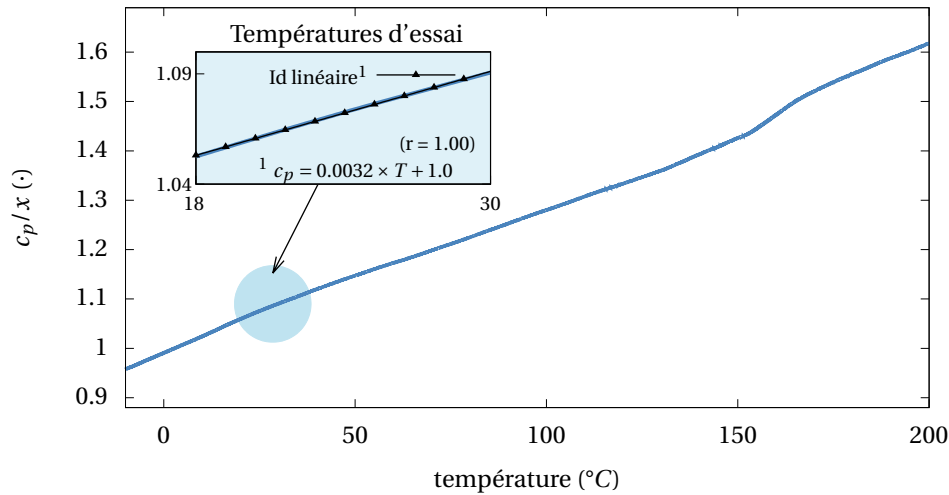


Figure 2.18 – Évolution de la capacité calorifique à pression constante en fonction de la température pour le matériau A.

	B	C	D
ρ/ρ^A à T_{amb}	1.002	1.002	1.044
c_p/c_p^A à 32°C	0.712	0.669	1.311

Table 2.1 – Propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés

cruciale pour développer et utiliser une loi de comportement mécanique anisotrope pertinente. Pour cela, nous avons évoqué la possibilité de simuler la distribution locale d'orientation des fibres à l'aide de logiciels commerciaux tels que MOLDFLOW® et nous avons également montré que différentes méthodes d'observation de la microstructure sont proposées dans la littérature. Nous avons fait le choix ici de développer nos propres outils d'évaluation de la microstructure, en nous basant sur les approches de la littérature.

Dans cette section, nous allons présenter la méthode de préparation de nos échantillons, la méthode d'observation retenue, la méthode d'analyse ainsi que la façon dont seront présentés les résultats dans la suite du manuscrit.

2.3.1 Préparation et observation des échantillons

Suite aux conclusions de l'état de l'art présenté dans le paragraphe 2.1.2.2.2 page 25, nous avons choisi d'observer les échantillons polis dans un plan incliné à 45° par rapport à la direction principale d'écoulement comme montré sur la figure 2.15 page 27, [Dra06]. La préparation des échantillons passe par deux étapes : l'enrobage et le polissage mécanique.

Nous réalisons l'enrobage d'une portion de l'éprouvette dans une résine époxy transparente. Pour s'assurer de son inclinaison à 45° par rapport à la direction principale d'écoulement, nous la collons

à un prisme en résine époxy opaque dont l'angle a été préalablement contrôlé. Nous illustrons ce procédé figure 2.19.

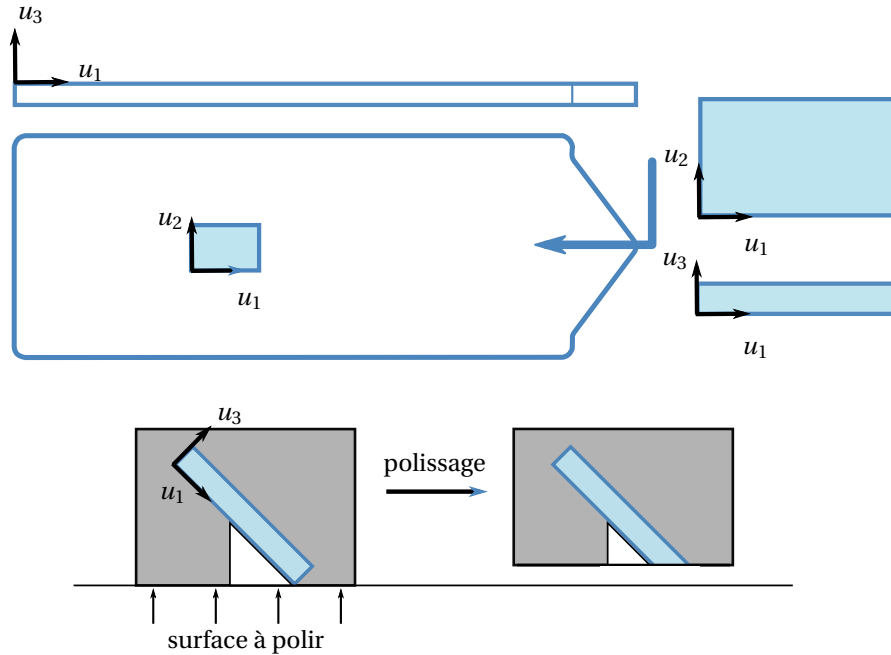


Figure 2.19 – Procédé de préparation des échantillons pour la détermination de la distribution d'orientation par analyse optique

Le contraste entre la fibre et la matrice doit être maximal pour avoir une bonne détection des contours des fibres. Celui-ci est dépendant de la qualité de l'image et donc de la préparation de l'échantillon par polissage. Les fibres de carbone fragiles et rigides sont incorporées dans une matrice souple et ductile et par conséquent des disparités et pollutions aux particules de fibres apparaissent pendant le polissage. Plusieurs essais de polissage ont donc été nécessaires pour mettre au point le protocole récapitulé dans le tableau 2.2.

Grains de polissage	Vitesse (<i>rpm</i>)	Force (<i>N</i>)	Temps (<i>min</i>)
180	300	30	3 à 5
500	150	20	5
800	150	20	8
1200	150	15	15
2400	150	10	15
4000	150	10	15
pâte diamantée $1\mu m$	150	10	25

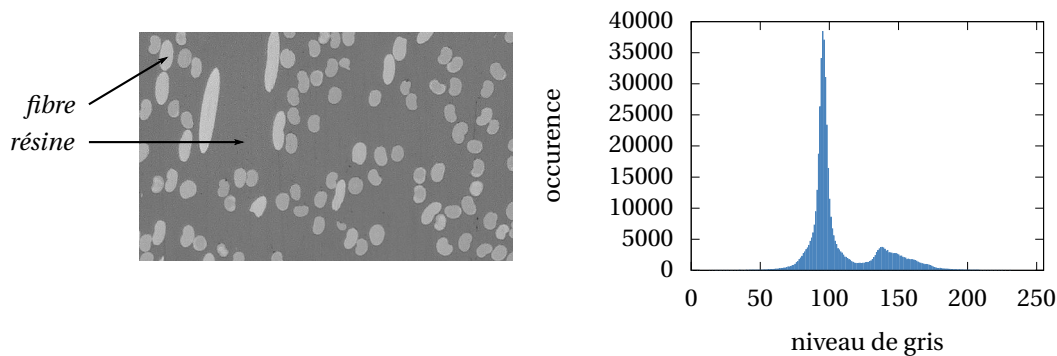
Table 2.2 – Procédure de polissage

Pour l'observation de l'échantillon, le laboratoire IRDL possède un microscope optique électronique Keyence VHX-5000. Cet instrument dispose d'une platine dont les déplacements sont robotisés et d'un focus automatique facilitant le balayage et l'acquisition des micrographies. Les paramètres retenus lors de notre étude sont présentés dans le tableau 2.3.

Grossissement	$\times 1000$
Facteur d'échelle (pixel/ μm)	4.817
Taille maximale de l'image (pixels $\times$ pixels)	20000 $\times$ 20000

Table 2.3 – Caractéristiques des observations microscopiques faites avec le Keyence VHX-5000

Pour que l'image soit facile à traiter, l'histogramme des niveaux de gris doit présenter deux pics distincts : un pour la matrice, l'autre pour les fibres. Nous montrons que cela est vérifié avec les images obtenues avec le microscope Keyence VHX-5000 en prenant exemple sur la portion de micrographie⁴ figure 2.20.



(a) – Exemple d'une observation microscopique avec le microscope optique pour un grossissement de $\times 1000$ d'une coupe du matériau A

(b) – Répartition des niveaux de gris obtenue pour cette image test

Figure 2.20 – Histogramme de niveaux de gris obtenu pour une observation microscopique d'une coupe du matériau A

2.3.2 Méthode d'analyse de la distribution d'orientation

La méthode d'analyse de détection de la distribution d'orientation est basée sur la méthode de détection des sections elliptiques présentée dans le paragraphe 2.1.2.2.2 page 25. Cette procédure est réalisée par un outil d'analyse en Python développé au laboratoire IRDL qui se décompose en deux étapes :

4. Sur l'image exemple de la figure 2.20, nous pouvons voir que certaines fibres possèdent une section en forme de « haricot » comme présentée à la section précédente.

- une étape de « binarisation » de l'image issue de l'observation microscopique;
- une extraction des caractéristiques géométriques des contours elliptiques des fibres puis une identification des orientations grâce à la méthode des seconds moments d'inertie.

L'étape de binarisation consiste à améliorer la forme du contour des fibres ainsi que le contraste des images. La première opération consiste à seuiller l'image afin d'obtenir uniquement deux couleurs : noir pour la matrice et blanc pour les fibres (figure 2.21b). Ensuite, diverses autres opérations sont menées afin de faciliter le traitement. Par exemple, des étapes d'érosion et de dilatations du contour des fibres sont réalisées afin d'éviter que des fibres trop proches soient assimilées à une seule fibre. Enfin, une opération efface les bruits parasites en utilisant un seuillage sur la taille des éléments détectés (figure 2.21c). Cette procédure est illustrée sur la figure 2.21.

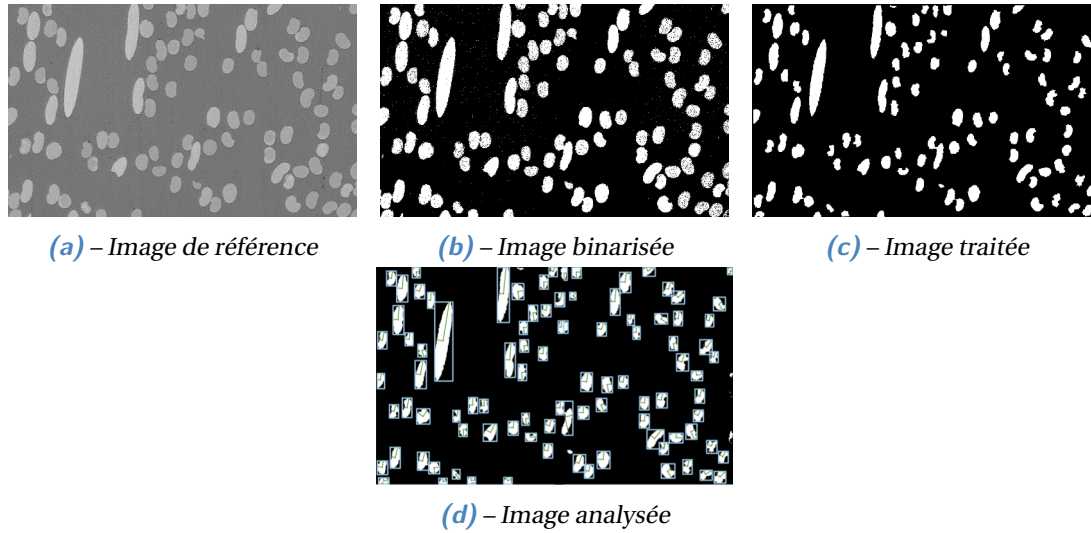


Figure 2.21 – Processus de traitement numérique d'une image issue de l'observation microscopique du matériau A afin d'obtenir le tenseur d'orientation d'ordre 2 moyen

L'image obtenue à la suite de cette procédure de binarisation est analysée afin de détecter le contour ellipsoïdal des fibres et leurs valeurs caractéristiques (figure 2.21d). Ensuite, l'orientation des fibres est calculée à partir de la méthode des seconds moments d'inertie en discriminant l'angle θ comme proposé par DRAY BENSAHKOUN [Dra06]. Nous pouvons alors calculer un tenseur moyen pour la section considérée et effectuer les changements de bases pour se placer dans le repère d'injection. Par exemple, pour l'image de référence 2.21a, après la procédure numérique récapitulée figure 2.21, nous obtenons le tenseur moyen d'orientation d'ordre 2 suivant :

$$\underline{\underline{a}}^{\text{ref}} = \begin{pmatrix} 0.0089 & 0.0275 & 0.0129 \\ 0.0275 & 0.2042 & 0.0487 \\ 0.0129 & 0.0487 & 0.7869 \end{pmatrix}$$

Pour étudier la microstructure sur une micrographie présentant le phénomène cœur/peau, nous ne pouvons pas nous contenter d'un tenseur moyen sur l'ensemble de l'image si nous voulons observer les variations de la microstructure. Pour cela, l'outil d'analyse permet d'étudier l'image en un

nombre entier n de tronçons. Nous obtiendrons alors un tenseur moyen pour chacun des tronçons. La gestion des fibres chevauchant deux tronçons est réalisée afin de ne pas fausser les résultats.

2.3.3 Méthode de présentation des résultats

Dans ce paragraphe, nous allons illustrer la façon dont seront présentés les résultats issus de l'outil de description de la microstructure, en prenant pour exemple l'observation d'un échantillon de plaque présentant l'effet cœur/peau.

Pour éviter toute ambiguïté concernant la position et l'orientation de l'échantillon observé, nous matérialisons sa position de prélèvement en rouge sur le plan de la plaque en indiquant le repère considéré. À droite de cette indication, nous présentons l'échantillon retenu en matérialisant le ou les plan(s) de coupe par des traits rouges avec les repères associés. La figure 2.22 présente un exemple. Comme nous pouvons le voir, nous avons réalisé une coupe sur un échantillon prélevé proche du centre de la plaque. La coupe d'observation est orthogonale au sens d'écoulement principal du fluide et, réalisée de manière à présenter les fibres de la peau majoritairement dans le plan d'observation (section de forme ellipsoïdale) et les fibres du cœur majoritairement hors plan d'observation (section de forme plus circulaire).

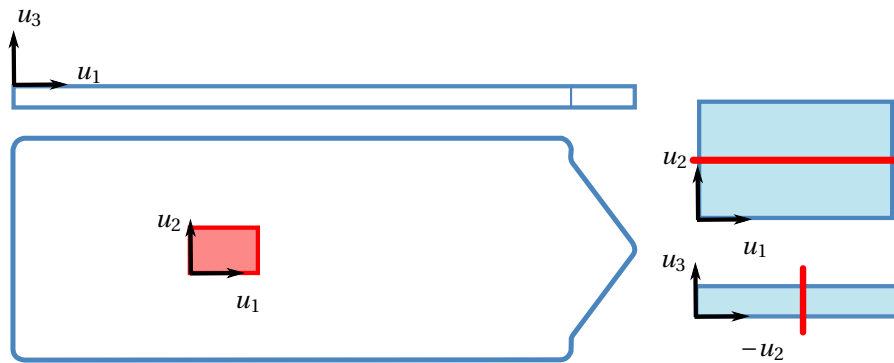


Figure 2.22 – Présentation des résultats d'observation de la microstructure : position de l'échantillon et plan d'observation

À l'exception de cet exemple, par soucis de confidentialité, afin de ne pas donner d'information sur la taille des fibres connaissant l'épaisseur de la plaque, nous ne ferons pas apparaître les micrographies. Sur la figure 2.23 page suivante, nous pouvons observer la présence de l'effet cœur/peau descriptible selon le modèle sept couches décrit par [Bay91 ; Red07]. Nous nous attendons ainsi à détecter un léger effet sur-peau orienté suivant u_2 mais majoritairement suivant u_1 puis une peau suivant majoritairement u_1 avant d'obtenir un cœur suivant majoritairement u_2 en passant par une zone de transition.

Après traitement par l'outil de description de la microstructure, nous obtenons les tenseurs d'orientation en fonction de l'épaisseur présentés sur la figure 2.24. Nous retrouvons les résultats que nous attendions avec une sur-peau ayant une épaisseur d'environ 10% de celle de la plaque, une peau de 15% d'épaisseur avant d'arriver sur une transition de 15-20% d'épaisseur et un cœur de 10% d'épaisseur. Notons également que l'outil détecte environ 15% de fibres orientées suivant u_3 dans la zone de cœur.

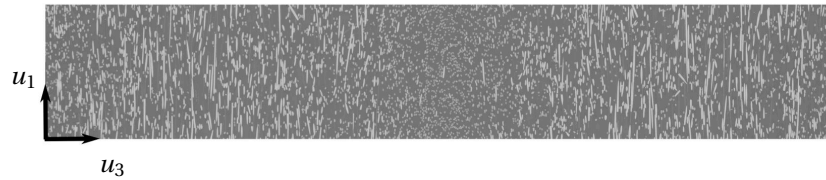


Figure 2.23 – Présentation des résultats d'observation de la microstructure : micrographie étendue.

Nous présenterons par la suite les résultats de façon analogue. Dans le cas où plusieurs coupes sont réalisées, sauf indication contraire, les données sont présentées sur le même graphique et les composantes des tenseurs gardent les mêmes symboles. Seule la couleur change et est attribuée à chaque coupe. Cela permet d'observer la variation ou non de l'orientation en fonction de la position de la coupe sur l'éprouvette.

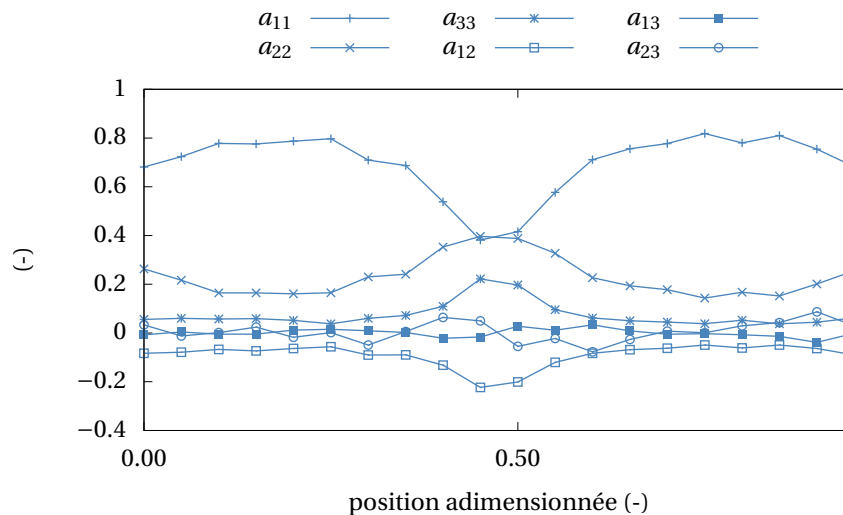


Figure 2.24 – Présentation des résultats d'observation de la microstructure : tenseurs d'orientation

2.4 Éprouvettes

2.4.1 Géométrie

Les éprouvettes ont été fournies par Safran Landing Systems par l'intermédiaire du Pôle Européen de la Plasturgie. Elles sont obtenues par usinage de plaques injectées de différentes épaisseurs : 3.2, 4.00 et 8.00 mm pour le matériau A et de 3.2 mm d'épaisseur pour les matériaux B, C et D. Les fichiers de rhéologie issues de simulations d'injection effectuées par MOLDFLOW et MOLDEX pour les plaques utilisées nous ont également été fournis.

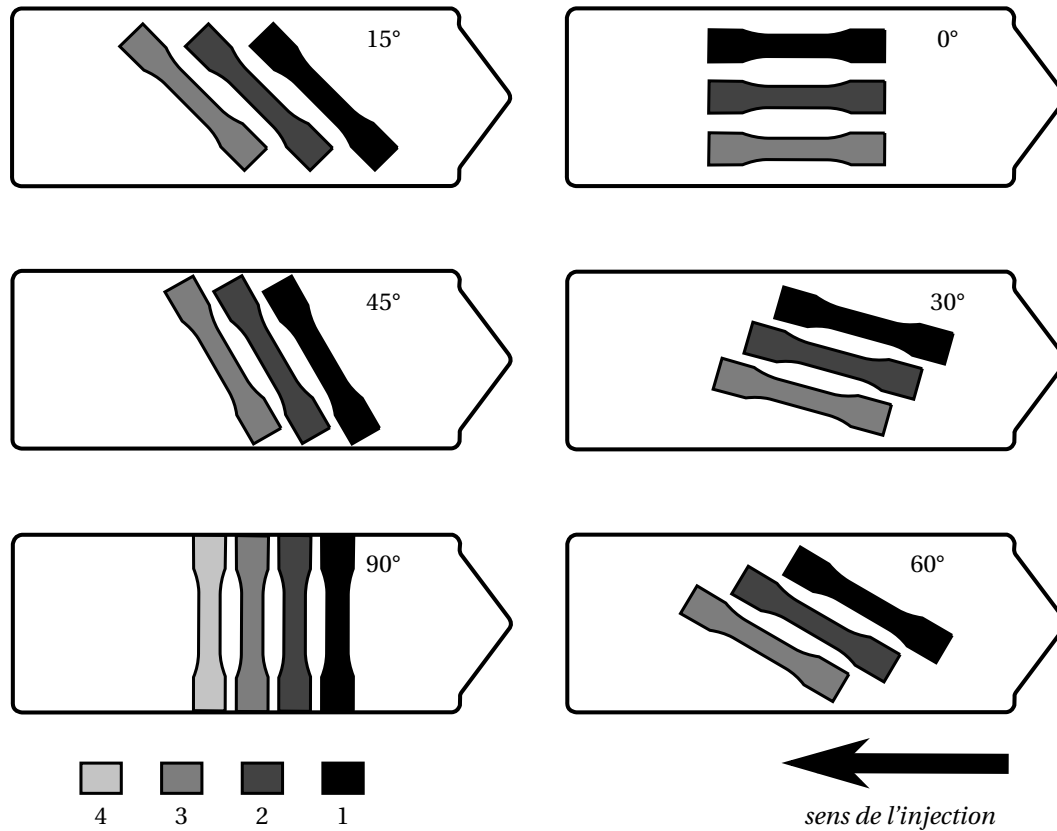


Figure 2.25 – Différentes orientations de prélèvement des éprouvettes

Pour le matériau *A*, nous disposons d'éprouvettes dans différentes orientations : 0° et 90° pour les plaques de 3.2 mm d'épaisseur, 0° , 15° , 30° , 45° , 60° et 90° pour les plaques de 4 mm d'épaisseur et, 0° et 60° pour les plaques de 8 mm d'épaisseur (figure 2.25). La géométrie des éprouvettes est identique quel que soit l'angle de prélèvement par rapport au sens d'injection visible figure 2.26a. Nous nommerons cette géométrie *G1*. Pour les matériaux *B*, *C* et *D*, seules des éprouvettes à 0° par rapport au sens d'injection issues des plaques de 3.2 mm d'épaisseur ont été testées avec des dimensions spécifiques visibles sur la figure 2.26b page suivante. Nous nommerons cette géométrie *G2*. Un jeu d'éprouvettes de matériau *A* de même géométrie a été réalisé afin de pouvoir comparer les résultats.

2.4.2 Microstructure

L'état de l'art paragraphe 2.1.2.1 page 19 a mis en évidence que le procédé d'injection soulève des problèmes rhéologiques complexes de dispersion et de distribution d'orientation locale des fibres, qui sont dépendants des paramètres d'injection et de la géométrie de la pièce.

Dans le cadre des plaques injectées, nous avons majoritairement une structure de type cœur/peau. Cependant, selon la position de prélèvement de l'éprouvette dans la plaque, pour une plaque donnée, nous pouvons noter une variation de la microstructure d'une éprouvette à l'autre. Celle-ci s'exprime principalement sur l'épaisseur du cœur et des zones de transition cœur/peau. La réponse mécanique des matériaux étudiés étant sensible à cette variation de microstructure, nous prenons soin de ré-

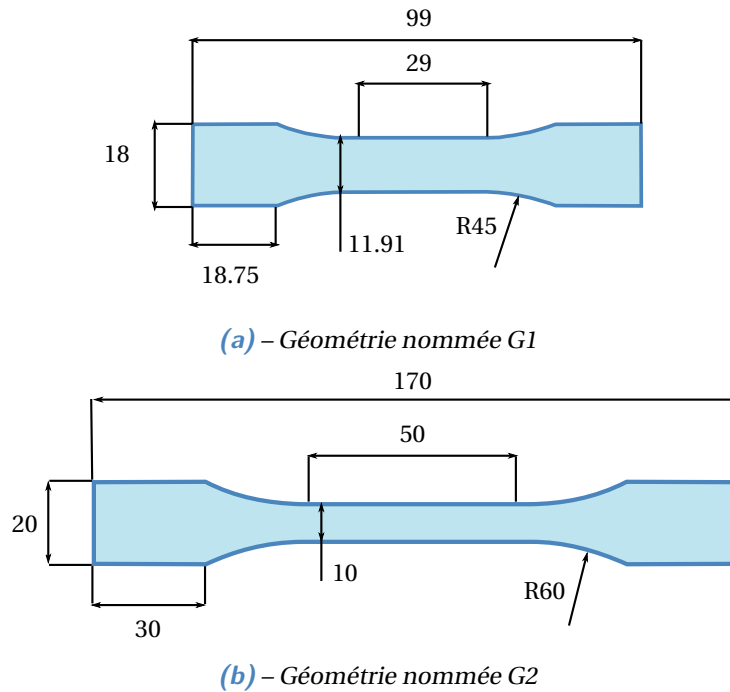


Figure 2.26 – Dimension en millimètre des éprouvettes utilisées

pertorier les éprouvettes selon leur position de prélèvement : 1, 2, 3 et 4 comme montré sur la figure 2.25 page précédente. Précisons cependant que d'une plaque à l'autre, une étude réalisée par Safran montre que la microstructure est répétable pour une même position de prélèvement.

L'épaisseur de la plaque et les paramètres d'injection associés influent également sur l'orientation moyennée sur l'épaisseur, sur la taille des zones de transition et du cœur comme nous pouvons le voir sur les figures 2.27, 2.28 et 2.29. En effet, avec les paramètres d'injections utilisés pour générer les plaques étudiées, les éprouvettes de 3 mm et 4 mm d'épaisseur possèdent un cœur étroit et des zones de transitions franches. Les éprouvettes de 8 mm, au contraire, possèdent une zone de transition très large et une zone de cœur importante. Ajoutons aussi que l'orientation moyenne des éprouvettes à 8 mm est inférieure à celles des éprouvettes de 3 mm et 4 mm d'épaisseur.

En conclusion, nos éprouvettes issues des plaques présentent une microstructure complexe ce qui rend plus délicat leur utilisation comme éprouvettes de caractérisation de propriétés mécaniques.

2.4.3 Éprouvettes amincies

Partant du constat que, pour le matériau A et les plaques d'épaisseurs 3.2 et 4 mm, nos éprouvettes possèdent une peau ayant une microstructure homogène sur une épaisseur d'environ 1 mm, nous avons mis au point un procédé manuel « d'extraction » de la peau par polissage mécanique. Nous avons ainsi réalisé des éprouvettes « peau » pour des orientations de prélèvement à 0° et 90° par rap-

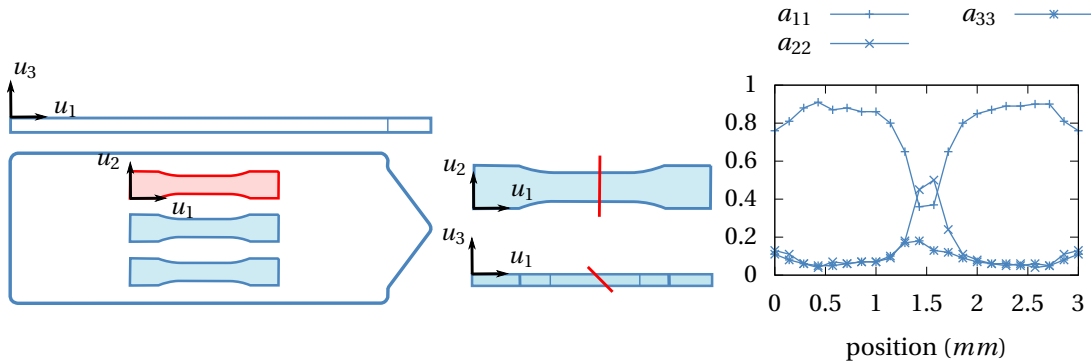


Figure 2.27 – Microstructure d'une éprouvette de 3.25mm d'épaisseur prélevée à 0° par rapport à l'injection et observée suivant un plan à 45° par rapport au sens de l'injection

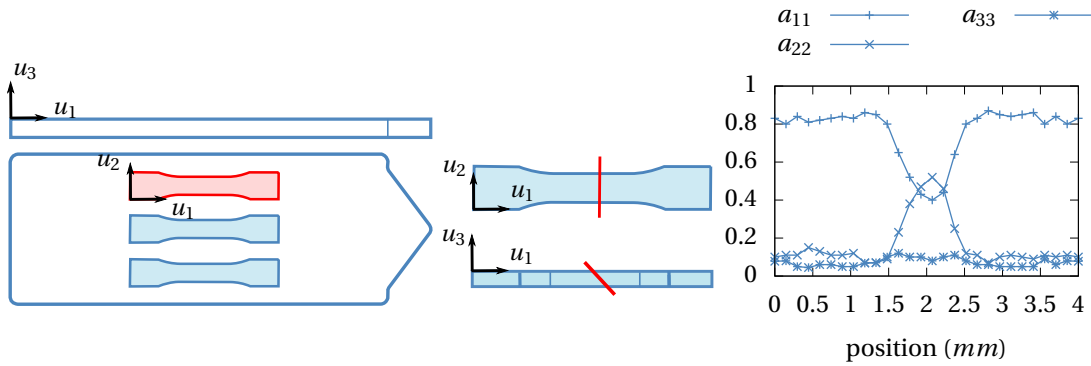


Figure 2.28 – Microstructure d'une éprouvette de 4mm d'épaisseur prélevée à 0° par rapport à l'injection et observée suivant un plan à 45° par rapport au sens de l'injection

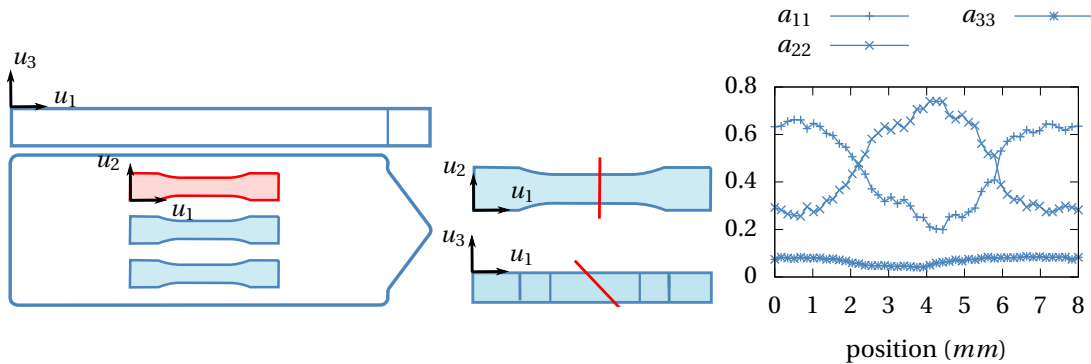
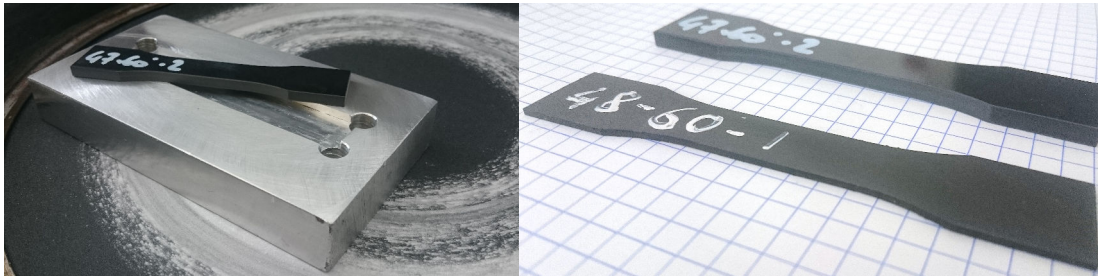


Figure 2.29 – Microstructure d'une éprouvette de 8mm d'épaisseur prélevée à 0° par rapport à l'injection et observée suivant un plan à 45° par rapport au sens de l'injection

port au sens de l'injection pour l'étude du comportement mécanique⁵ et, pour les orientations 0°, 15°, 30°, 45°, 60° et 90° pour l'étude en auto-échauffement⁶.

Le procédé d'amincissement consiste à polir les éprouvettes logées dans une empreinte en aluminium avec un grain grossier (120 puis 240). Nous disposons de deux empreintes. Une première, d'une profondeur de 2.5 mm, permettant de rapidement dégrossir le travail avec un bon maintien de l'éprouvette. Une deuxième, avec une profondeur de 1.1 mm, permettant d'obtenir l'épaisseur souhaitée. L'avantage de procéder ainsi est d'obtenir une épaisseur constante sur l'ensemble de l'éprouvette avec une variation de seulement ± 0.05 mm malgré la flexion de l'éprouvette apparaissant à certains stades du polissage lorsque le composite n'est plus symétrique et équilibré. Le système d'empreinte et les éprouvettes obtenues sont montrés sur les photos 2.30. Notons tout de même que ce procédé manuel demande de la minutie et est chronophage : entre deux et trois heures de préparation par éprouvette. De ce fait, nous réaliserons uniquement le nombre d'éprouvettes nécessaire à l'étude.



(a) – Génération des éprouvettes amincies par polissage avec une empreinte

(b) – Comparaison des éprouvettes « complète » et « amincies »

Figure 2.30 – Génération des éprouvettes amincies de type peau

Nous avons utilisé l'outil de mesure de la microstructure présenté à la section 2.3 page 30 afin de vérifier l'homogénéité de l'orientation sur l'épaisseur considérée. Les résultats pour des éprouvettes amincies prélevées à 0° et 90° sont présentés figures 2.31 et 2.32.

Dans les deux cas, nous pouvons observer que les fibres sont majoritairement orientées dans la direction attendue : entre 80 et 90% des fibres dans la direction u_1 pour l'éprouvette peau prélevée à 0° et dans la direction u_2 pour l'éprouvette peau prélevée à 90° par rapport à la direction principale d'écoulement. De plus, dans les deux cas, la distribution d'orientation est constante sur l'épaisseur, d'une coupe à l'autre et d'une éprouvette à l'autre. Ce qui montre que nous pouvons utiliser ces éprouvettes en tant qu'éprouvette de caractérisation mécanique. Notons cependant que les éprouvettes peau à 0° sont légèrement moins bien orientées que les éprouvettes peau à 90°.

2.4.4 Nomenclature

Afin de conserver une traçabilité des éprouvettes testées et de pouvoir comparer les résultats expérimentaux entre eux, nous avons mis en place la nomenclature suivante pour chaque éprouvette : {matériau}-{géométrie}-{épaisseur}-{angle de prélèvement}-{position}[P]. Par exemple, une éprouvette issue d'une plaque du matériau A, de 4 mm d'épaisseur, avec une orientation de découpe à 15° et une

5. Étude présentée section 4.4 page 116

6. Étude présentée section 3.4.3 page 76

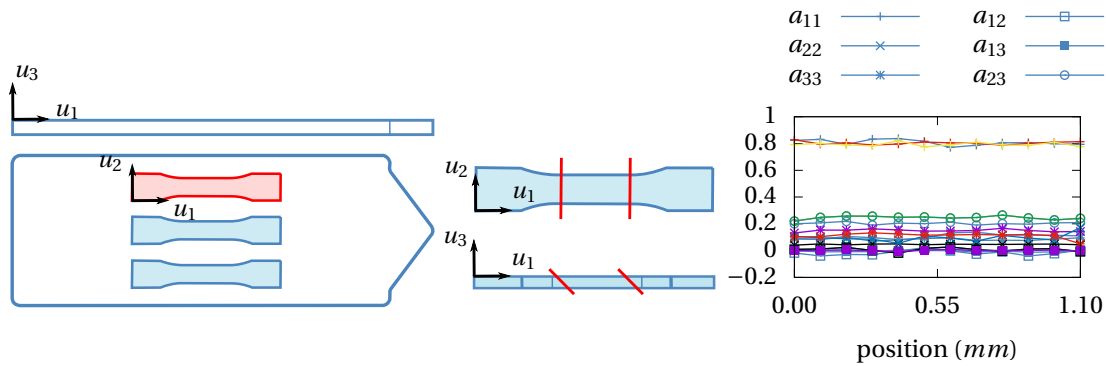


Figure 2.31 – Microstructure dans l'épaisseur de 3 coupes de 2 éprouvettes amincies prélevées à 0° par rapport à l'injection et observée suivant un plan à 45° par rapport au sens de l'injection

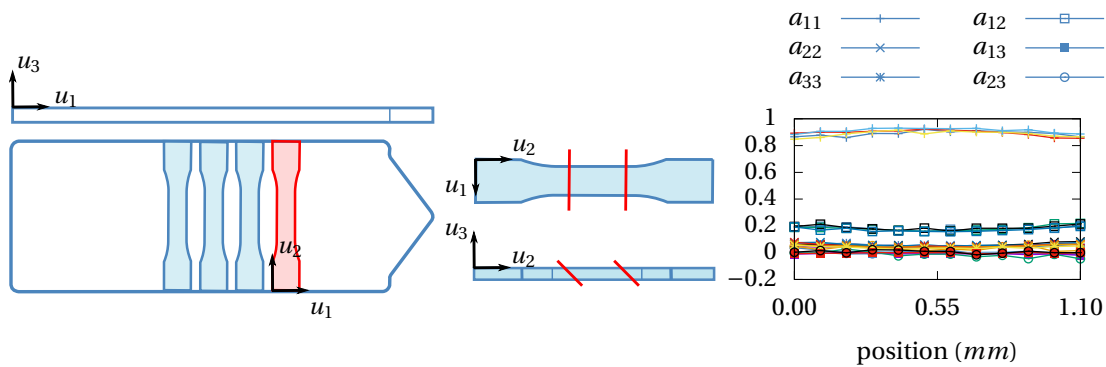


Figure 2.32 – Microstructure dans l'épaisseur de 4 coupes de 2 éprouvettes amincies prélevées à 90° par rapport à l'injection et observées suivant un plan à 45° par rapport au sens de l'injection

zone de prélèvement dite de type 2 sera appelée : A-G1-4-15-2. Si cette éprouvette est préalablement amincie alors elle sera appelée : A-G1-4-15-2P.

2.5 Bilan

Nous étudions quatre matériaux composites thermoplastiques thermostables renforcés en fibres courtes de carbone à hauteur de 30% en masse pour les matériaux A, B et C et, à hauteur de 40% en masse pour le matériau D. Seul le grade et/ou le fournisseur changent. Nous étudierons principalement le matériau A qui servira de référence de comparaison pour les autres matériaux. Les matériaux de l'étude étant insensibles aux variations de température et de l'hygrométrie ambiante, les essais seront réalisés sans enceinte thermohygrométrique.

Afin de contrôler la microstructure des éprouvettes utilisées, nous utilisons un outil de mesure de la distribution d'orientation locale basé sur la détection des contours ellipsoïdaux formés par l'intersection des fibres avec des plans de coupe d'échantillon. Cet outil a été développé au laboratoire IRDL. L'analyse se fait sur des coupes d'observation inclinées à 45° par rapport à la direction principale d'écoulement de la matière durant le procédé d'injection, avec les méthodes des seconds moments

d'inertie. Nous obtenons des tenseurs d'ordre 2 moyennés représentant la distribution d'orientation de la surface analysée. Pour étudier des microstructures plus complexes de type cœur/peau, nous pouvons déterminer les tenseurs d'ordre 2 locaux et obtenir l'évolution de la microstructure en fonction de leur position dans l'épaisseur.

Nous travaillons avec des éprouvettes issues de plaques injectées par usinage. Elles sont prélevées à différentes orientations par rapport au sens d'injection (0° , 15° , 30° , 45° , 60° , 90°) pour différentes épaisseurs de plaques (3.2, 4.0 et 8.0 *mm*). Ces éprouvettes présentent l'effet cœur/peau rendant leur utilisation en éprouvette de caractérisation mécanique plus délicate. Nous avons mis au point un procédé manuel d'extraction des peaux des éprouvettes issues des plaques à 3.2 et 4.0 *mm* d'épaisseur. Ces éprouvettes amincies possèdent une microstructure homogène en volume sur l'ensemble de la zone utile et seront utilisées comme éprouvettes de caractérisations.

Chapitre 3

Plus claire la lumière, plus sombre
l'obscurité... Il est impossible
d'apprécier correctement la lumière
sans connaître les ténèbres.

JEAN-PAUL SARTRE

Caractérisation des sources thermiques par auto-échauffement

Sommaire

3.1	L'auto-échauffement dans la littérature	45
3.1.1	L'équation de la chaleur	45
3.1.2	Résolution et prédiction des termes sources	45
3.1.2.1	Résolution spatiale	46
3.1.2.2	Résolution temporelle	47
3.1.3	Bilan	51
3.2	Thermographie infrarouge	52
3.2.1	Les lois du rayonnement infrarouge	52
3.2.2	Bilan radiométrique	53
3.2.3	Détermination de l'émissivité ϵ	54
3.2.3.1	Protocole expérimental	54
3.2.3.2	Résultats	56
3.2.3.3	Bilan	58
3.2.4	Influence de l'atmosphère	59
3.2.5	De la théorie à la mesure	59
3.2.5.1	Caractéristiques matériels	60
3.2.5.2	Calibration	60
3.3	Méthode de résolution	65
3.3.1	Simplification de l'équation de la chaleur	65
3.3.2	Protocoles expérimentaux	70
3.3.3	Génération des courbes d'auto-échauffement	71
3.4	Résultats	73
3.4.1	Répétabilité	73
3.4.2	Influence du recalage de la vidéo	74
3.4.3	Influence de l'orientation	76

3.4.4	Influence de l'épaisseur	77
3.4.5	Influence du matériau	82
3.5	Bilan	82

Nous souhaitons appliquer dans ce chapitre le protocole d'auto-échauffement aux matériaux de notre étude. Cela consiste en une identification expérimentale par mesure infrarouge des sources thermiques intrinsèque du matériau, basée sur une approche de résolution en régime transitoire de l'équation de la chaleur issue des premier et second principes de la thermodynamique.

Dans la première section, nous réalisons un état de l'art concernant l'auto-échauffement dans la littérature. Nous commençons par présenter l'équation de la chaleur liant les champs spatial et temporel de la température aux sources thermiques de différentes natures. Nous présentons ensuite les principales stratégies d'identification de ces sources, notamment de la dissipation intrinsèque, à partir de la connaissance du champ bidimensionnel expérimental de la température.

Nous présentons dans la deuxième section les fondements de la thermographie infrarouge qui permettent de convertir le flux thermique d'une scène mesuré avec une caméra infrarouge en température. Nous présentons alors les différentes précautions expérimentales ainsi que le matériel utilisé dans cette étude.

La troisième section décrit la méthode de résolution de l'équation de la chaleur adoptée dans cette étude. Après un traitement des films thermiques permettant d'assimiler l'évolution thermique temporelle d'un pixel à l'évolution thermique d'un point matériel fixe, nous identifions la dissipation intrinsèque et l'amplitude du couplage thermo-élastique durant le régime transitoire. Nous obtenons ainsi des cartographies de dissipation et d'amplitude de couplage thermo-élastique donnant accès à des informations locales ou moyennes comme les courbes d'auto-échauffement.

Enfin, la dernière section présente les résultats obtenus dans le cadre de cette étude notamment la répétabilité de l'obtention des courbes d'auto-échauffement, l'influence de l'orientation moyenne des fibres, l'influence de l'épaisseur des éprouvettes et l'influence du matériau choisi.

3.1 L'auto-échauffement dans la littérature

Dans cette section, nous allons présenter un état de l'art sur l'utilisation du protocole généralement appelé *auto-échauffement* (AE). Cette appellation décrit l'apparition d'une variation de la température du matériau sous sollicitation mécanique et provenant de l'expression de différentes sources thermiques.

Nous commençons par écrire l'équation de la chaleur, issue des premier et second principes de la thermodynamique, permettant de lier cette variation de température aux différentes sources thermiques. Puis, nous présentons différentes stratégies de résolutions spatiales et temporelles adaptées à certains cadres d'étude. Nous concluons enfin sur le choix de résolution adopté dans cette étude.

3.1.1 L'équation de la chaleur

La variation de la température d'une structure soumise à une sollicitation mécanique est un phénomène observé depuis le XVII^e siècle avec les premiers travaux de GOUGH [Gou05], puis JOULE [Jou59] ou encore THOMSON [Tho78] mettant en relief le couplage thermomécanique existant au sein des matériaux.

Ces variations de températures prennent aussi leur origine dans des sources de chaleurs internes qui peuvent être dépendantes du temps et de l'espace. La température n'est ainsi pas une grandeur intrinsèque du matériau, mais dépend entre autres de la géométrie de la pièce, des conditions thermiques limites ainsi que des temps caractéristiques thermiques et mécaniques. Cependant, les phénomènes responsables de cette évolution de la température sont eux intrinsèques au matériau et liés à différentes sources thermiques.

Pour déterminer ces sources thermiques responsables des variations de températures du matériau, il est nécessaire de résoudre l'équation de la chaleur issue des premier et second principes de la thermodynamique des processus irréversibles [Lem09; Chr12] :

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

avec ρ la masse volumique, c_p la chaleur massique, T la température, $\vec{q}$ le flux de chaleur et S_t le terme source. Dans le cadre des matériaux standards généralisés, ce terme source peut être exprimé de la façon suivante [Lem09] :

$$S_t = \Delta + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \epsilon_e \partial T} : \dot{\epsilon}_e \quad (3.2)$$

où Δ représente la dissipation intrinsèque, r la source volumique interne de nature autre que mécanique, Ψ le potentiel de Helmholtz, ϵ_e la déformation élastique, $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \epsilon_e \partial T} : \dot{\epsilon}_e$ le terme de couplage thermo-élastique et $\rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k$ les couplages thermomécaniques des variables internes V_k .

Dans notre étude, nous nous attachons particulièrement à mesurer expérimentalement la dissipation intrinsèque Δ , car comme nous le présenterons en détail dans le chapitre 5 page 144, de nombreux auteurs ont montré qu'il est possible de relier cette grandeur à la durée de vie en fatigue par un critère énergétique [Str14; Jég12; Lau+13; Ser15; Mas14; Pon07; Dou+05; LaR00].

3.1.2 Résolution et prédiction des termes sources

L'équation de la chaleur 3.2 nous permet de reconstruire les champs de sources thermiques à partir de la connaissance de la température. Cependant, cette équation spatio-temporelle est loin d'être

simple à résoudre et différentes stratégies sont proposées dans la littérature comme nous le présentons dans ce paragraphe.

3.1.2.1 Résolution spatiale

Intéressons-nous dans un premier temps aux stratégies de résolution spatiale de l'équation de la chaleur. Dans le cadre de nos travaux, les mesures thermiques sont réalisées avec une caméra infrarouge, voir section 3.2 page 52, qui donne accès aux champs de température surfaciques. Étant donné que l'équation de la chaleur suppose de connaître la répartition de la température dans l'ensemble du volume considéré, différentes hypothèses d'homogénéité spatiale du champ de température peuvent être faites [Mun12; CL00; Dou+10] (voir figure 3.1). Ces simplifications du terme de « fuites thermiques » sont réalisables à condition de travailler sous l'hypothèse que la température éloignée T_∞ de la scène thermique étudiée est constante et égale à la température initiale de l'échantillon $T_0 = T_\infty$ [meshaka2007thermomechanical]. Nous pouvons alors obtenir les approches suivantes :

- 1) **Approche 0D** : seule la température moyenne du volume est considérée et les pertes sont les échanges avec l'extérieur. De plus, nous considérons que la température mesurée en surface est représentative de la température sur l'épaisseur de l'éprouvette. Ainsi, la moyenne réalisée sur la fenêtre d'observation de la caméra représente la moyenne de température en volume. Cette approche est largement utilisée dans la littérature pour les matériaux métalliques [Mun12; Dou04; Bou04; CL00], pour les élastomères [LeS10a; Mar17; Mas15] et pour les thermoplastiques fibrés [Ser15; Jeg13]. Dans le cas d'un matériau homogène isotrope et pour de faibles variations de température, en travaillant avec $\theta = T - T_0$ où T_0 est la température initiale, l'équation de la chaleur peut alors s'écrire sous la forme [CL00] :

$$\rho c_p \dot{\theta} + \frac{1}{\tau_{eq}} \theta = S_t \quad (3.3)$$

avec τ_{eq} un temps caractéristique dépendant des conditions thermiques limites du problème considéré.

- 2) **Approche 1D** : seule la température moyenne de la section est considérée avec des pertes par conduction existantes suivant la direction $\underline{y}$ et des pertes par les faces latérales (direction $\underline{x}$ et $\underline{z}$, figure 3.1). Le volume est alors considéré comme une succession de tranches [Bou04; Ser15; Ber04; Flo13]. Dans le cas d'un matériau homogène isotrope (afin d'appliquer la loi de Fourier : $\underline{q} = -\lambda \text{grad}(T)$ avec λ la conductivité thermique) et pour de faibles variations de température, en travaillant avec $\theta = T - T_0$ où T_0 est la température initiale, l'équation de la chaleur peut alors s'écrire sous la forme [CL00] :

$$\rho c_p \dot{\theta} - \lambda \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{1}{\tau_{eq}} \theta = S_t \quad (3.4)$$

avec τ_{eq} un temps caractéristique dépendant des conditions thermiques limites du problème considéré.

- 3) **Approche 2D** : seule la température moyenne suivant la direction $\underline{z}$ est considérée. Les pertes par conduction au sein du matériau se font suivant les axes $\underline{x}$ et $\underline{y}$ et les pertes par échange thermique entre les faces latérales et le milieu ambiant suivant l'axe $\underline{z}$ [Maq07; Bou04; Ser15; Ber04]. Dans le cas d'un matériau homogène isotrope (afin d'appliquer la loi de Fourier : $\underline{q} = -\lambda \text{grad}(T)$ avec λ la conductivité thermique) et pour de faibles variations de température, en travaillant avec $\theta = T - T_0$ où T_0 est la température initiale, l'équation de la chaleur peut alors

s'écrire sous la forme [CL00] :

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

avec τ_{eq} un temps caractéristique dépendant des conditions thermiques limites du problème considéré.

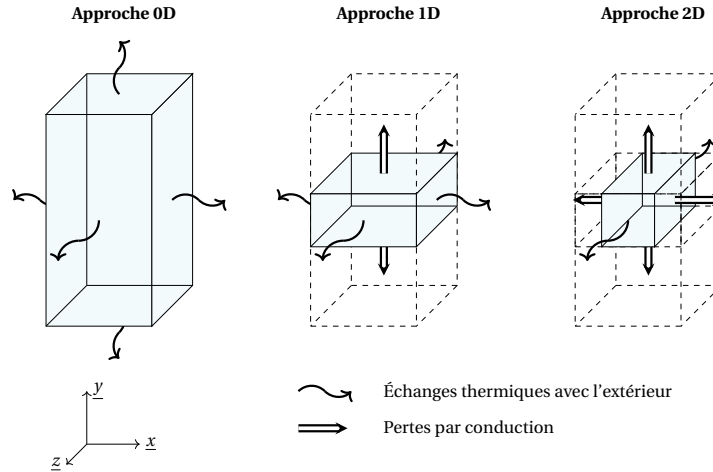


Figure 3.1 – Résolution spatiale de l'équation de la chaleur : approche 0D, 1D et 2D. Inspirée de [Mun12]

Précisons qu'à notre connaissance, l'ensemble des auteurs négligent la convection interne. Ainsi le terme de transport de la dérivée particulaire de la température peut être négligé [Dou04; Jég12; Mas14] :

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} = \frac{\partial T}{\partial t} + \underline{v} \cdot \underline{\text{grad}}(T) \simeq \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3.6)$$

ainsi,

$$\dot{\theta} \simeq \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (3.7)$$

3.1.2.2 Résolution temporelle

Intéressons-nous maintenant aux stratégies de résolution temporelle de l'équation de la chaleur. Pour cela, considérons les phénomènes responsables de la variation temporelle de la température pour un système aux conditions limites thermiques constantes. Comme nous l'avons vu, les sources thermiques peuvent être attribuées à plusieurs contributions : le couplage thermo-élastique, le couplage des variables internes, la dissipation intrinsèque et la production interne de chaleur autre que mécanique notée r dans l'équation 3.2 page 45.

Le couplage thermo-élastique fut la première contribution à l'évolution thermique sous chargement mécanique découverte notamment par WEBER qui avait observé en 1830 un effet thermique proportionnel à la contrainte lors de la sollicitation de fil de fer. Étude reprise en 1878 par THOMSON qui en proposa une modélisation [Tho78]. Ce phénomène est régulièrement attribué à la *thermodilatibilité* dans le cadre des matériaux métalliques. Ce phénomène décrit une dilatation du matériau

s'il est chauffé et par une rétractation s'il est refroidi. De façon duale, le matériau se refroidit lorsqu'il est étiré et chauffe lorsqu'il est comprimé. Lors d'un essai cyclique sous chargement sinusoïdal, ce couplage se traduit par une réponse thermique sinusoïdale de même fréquence que celle du chargement mécanique en présence d'élasticité linéaire. BOULANGER *et al.* ont montré que l'amplitude de la variation de température induite par ce couplage est constante pour un très grand nombre de cycles pour des paramètres de chargement constants [Bou04].

Les couplages thermomécaniques des autres variables internes sont couramment négligés par rapport aux autres sources thermiques [Ser15; Mas14; Mar17; Dou04; Jég12]. Dans ce cas, l'équation 3.2 page 45 s'exprime sous la forme :

$$S_t \approx \Delta + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \epsilon_e \partial T} : \dot{\epsilon}_e \quad (3.8)$$

Le phénomène de dissipation intrinsèque fut déjà observé par MOORE et KOMMERS en 1921 [MK21] décrivant un échauffement de nature dissipatif progressif de l'éprouvette au-dessus de l'ambiante. Cette dissipation est associée aux transformations microstructurales irréversibles qui, cycle après cycle, conduisent à la ruine de la structure [Ber04].

La source de chaleur interne autre que mécanique r et les échanges avec l'extérieur « intégrés » au système (convections avec les mors et l'air ambiant et les réflexions sur le matériau) peuvent être considérés comme indépendants du temps si suffisamment de précautions expérimentales sont prises [Mas14; Ser15; Dou04; Bou04]. Dans ce cas, en travaillant en différence de température $\theta = T - T_0$, nous pouvons nous affranchir de leurs contributions permettant notamment le processus de réduction de dimension spatiale de l'équation de la chaleur.

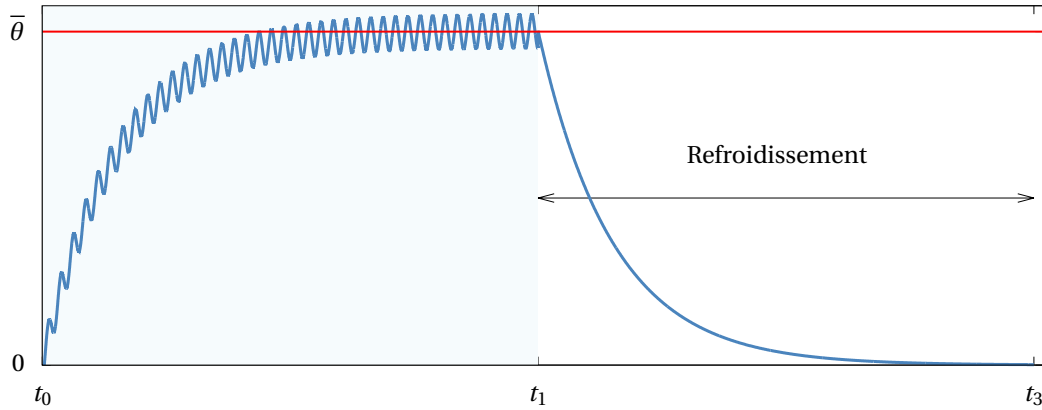


Figure 3.2 – Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique non conduit à rupture, phase de sollicitation cyclique puis de maintien. Inspirée des résultats de [Ser15; Bou04]

Ces différentes hypothèses peuvent être justifiées pour un grand nombre de matériaux métalliques et polymères en observant l'allure moyenne de l'évolution temporelle de la température θ obtenue durant une sollicitation mécanique sinusoïdale à fréquence constante en moyenne sur un volume, présentée figure 3.2. Entre l'instant t_0 et t_1 , nous pouvons distinguer les deux phases d'évolution ther-

mique décrites ci-dessous. Après l'instant t_1 , le chargement mécanique est stoppé et le matériau refroidi jusqu'à retrouver un équilibre avec l'air ambiant.

Cette évolution sous chargement cyclique sinusoïdal est observée si l'essai cyclique n'est pas conduit à rupture et si les sources dissipatives du matériau et les conditions limites thermiques sont constantes dans le temps. Si l'essai de fatigue est poursuivi jusqu'à rupture, plusieurs auteurs [Bou04; Lia+00; LaR00] montrent l'existence d'une troisième phase (figure 3.3) telle que :

- **Phase 1** : augmentation progressive de la valeur moyenne par cycle de la température;
- **Phase 2** : stabilisation de la température moyenne par cycle au-dessus du niveau ambiant à une valeur $\bar{\theta}$, qui est fonction des conditions thermiques limites et du matériau;
- **Phase 3** : augmentation hétérogène et brutale de la température due aux concentrations de contraintes induites par l'apparition d'une fissure macroscopique avant rupture [Ber04].

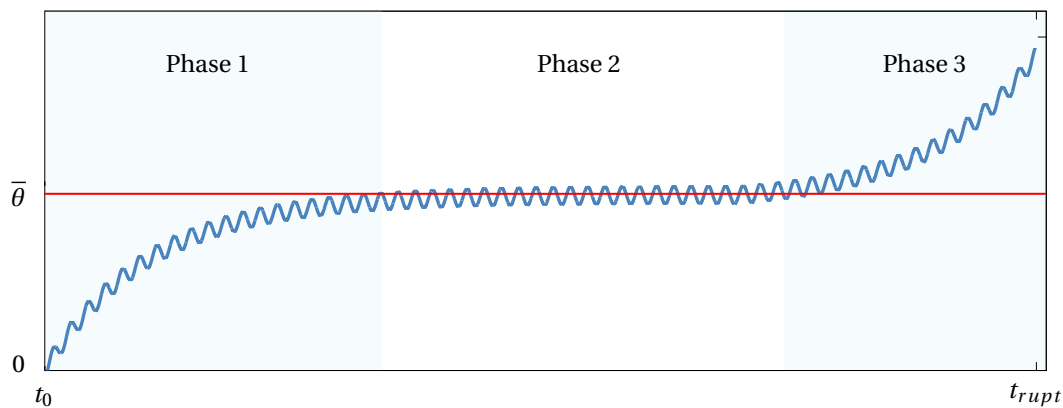


Figure 3.3 – Évolution temporelle moyenne de la température pour un essai cyclique conduit à rupture. Inspirée des résultats de [Lia+00; LaR00]

Dans cette étude, seules les phases 1 et 2 de l'évolution temporelle de la température du matériau sous chargement cyclique retiennent notre attention, car elles permettent d'identifier les sources thermiques facilement telle que présentées équation 3.8 page précédente, la phase 3 ne devant pas intervenir dans le cadre d'étude. Dans ce cas, dans la littérature, nous retrouvons deux stratégies de résolution temporelle : en régime stationnaire (appelé également régime stabilisé) (phase 2) ou en régime transitoire (début de la phase 1).

3.1.2.2.1 Régime stationnaire

De nombreux auteurs choisissent de travailler en régime stabilisé, car cela permet de séparer plus facilement les sources dues à la dissipation intrinsèque et celles dues aux couplages thermomécaniques [Chr12; Bou04]. Plusieurs stratégies peuvent être utilisées.

Une première stratégie consiste à réaliser une identification directe des termes sources de l'équation de la chaleur, c'est-à-dire sans en postuler la forme. Certains auteurs proposent une identification numérique en utilisant des méthodes de lissage du signal thermique [CL00; Ber04; Bar14] tandis que BOULANGER et *al.* utilisent des fonctions d'approximation [Bou04]. Certains proposent également

d'identifier le champ de sources thermiques à partir d'une décomposition de Fourier soit en utilisant une base spectrale compatible avec les conditions limites [CL00], soit en complétant la base spectrale par des fonctions décrivant les conditions limites [Dou+10].

L'avantage de ces méthodes est de ne pas postuler la forme du champ de source, mais l'utilisation des méthodes de lissage pour exploiter le calcul des termes différentiels peut induire des biais numériques [Ber04; Bar14].

Une deuxième stratégie consiste à postuler la forme du champ de source qui est identifiée par analyse inverse en comparant les résultats expérimentaux et analytiques [Dou+10] ou numériques [Le+13; LeS10a; Gla+17]. Certains auteurs procèdent à une analyse 0D pour établir une relation simple entre la différence de température stabilisée θ et la dissipation intrinsèque Δ [Ser15; Jég12; Dou04; Mun12; Bou04].

Bien que ce problème d'optimisation soit plus facile à mettre en œuvre, la forme du champ de source et les conditions limites thermiques peuvent être difficiles à postuler et conditionnent l'identification de champ de sources thermiques.

La résolution en régime stabilisé semble être la plus utilisée dans la littérature, certains auteurs mettant en avant sa capacité à dissocier la source dissipative des autres sources dues aux couplages thermomécaniques [Chr12; Bou04]. Cependant, cette résolution nécessite de connaître précisément les conditions thermiques limites et de supposer que la conductivité du matériau est isotrope pour pouvoir être faite avec les méthodes présentées. Bien que cette dernière hypothèse ne semble pas applicable pour certains thermoplastiques renforcés en fibres de carbone [FM03], SERRANO propose une formulation d'analyse inverse en résolution spatiale 0D et montre que les résultats obtenus justifient cette hypothèse pour l'étude d'un PA66 renforcé en fibres de verre [Ser15].

3.1.2.2 Régime transitoire

L'exploitation du régime transitoire se fait sur les tout premiers instants de variation de la température [Rit99]. L'idée principale est d'estimer les sources sur les premiers cycles de chargement mécanique pendant une durée négligeable devant le temps caractéristique du problème thermique (conditions limites, convection, etc.) et devant le temps caractéristique de conduction [Ser15; Mas14]. Les auteurs parlent alors de condition de transformation adiabatique. Dans ces conditions, il est possible d'écrire l'équation de la chaleur sous la forme :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial T}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} \simeq \Delta + r + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial V_k \partial T} \dot{V}_k + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \epsilon_e \partial T} : \dot{\epsilon}_e \quad (3.9)$$

Certains auteurs proposent d'utiliser une analyse spatiale 0D de cette équation en émettant plusieurs hypothèses supplémentaires : 1) les couplages thermomécaniques sont négligeables par rapport aux autres sources thermiques, 2) le couplage thermoélastique se compense sur un cycle de chargement par définition, 3) l'éprouvette sollicitée est suffisamment mince pour pouvoir considérer que la mesure thermique en surface est représentative de la mesure en volume. Ainsi, en travaillant en différence de température $\theta = T - T_0$ et en considérant toujours la même configuration mécanique¹, l'équation de la chaleur peut se simplifier sous la forme [Mas14; Ser15; Mas15; Mar+14b; Mar17; Jég12] :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial T}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} \simeq f \Delta^* \quad (3.10)$$

1. Comprendre qu'ils observent uniquement les crêtes de la réponse thermique sinusoïdale. Ainsi, entre chaque point considéré, un cycle de chargement complet est écoulé permettant de s'affranchir du terme de couplage thermo-élastique.

avec f la fréquence de sollicitation mécanique et Δ^* la dissipation intrinsèque produite à chaque cycle de chargement soit :

$$\Delta^* = \int_t^{t+1/f} \Delta dt \quad (3.11)$$

Notons que MARCO et *al.* étendent cette approche spatiale 0D à une approche « 2D »² en considérant que chaque pixel de l'image a sa propre dissipation intrinsèque par cycle en utilisant les mêmes hypothèses que présentées ci-dessus. Dans ce cas, ils obtiennent une cartographie du champ de dissipation d'une éprouvette percée en PA66GF35 [Mar+14b].

Basée sur les travaux de BRÉMOND [Bré82], KRAPEZ propose la méthode dite de la fréquence double. Cette approche consiste à approximer le champ de température obtenu avec la caméra infrarouge en chaque pixel par la fonction de démodulation suivante [Kra00] :

$$T(t) = T_0 + Dft + T_1 \sin(2\pi ft + \phi_1) + T_2 \sin(4\pi ft + \phi_2) \quad (3.12)$$

avec f la fréquence de sollicitation mécanique, T_0 la température initiale, D la variation linéaire de température par cycle, T_1 et ϕ_1 l'amplitude et la phase de la composante à la fréquence de modulation f , T_2 et ϕ_2 à la fréquence double $2f$. Le terme à la fréquence double étant nul lorsque le nombre de cycles est petit devant le nombre de cycles à rupture. Les champs de température obtenus peuvent ensuite être moyennés sur une zone utile ou bien être analysés en bidimensionnel.

Le principal avantage d'estimer les termes sources en régime transitoire réside dans le fait que seules quelques dizaines de cycles sont nécessaires. Ainsi, plusieurs paliers de chargement peuvent être faits avec la même éprouvette de façon réversible [Ser15]. Cependant, l'hypothèse d'adiabaticité peut rapidement devenir forte si les coefficients de conduction thermique sont élevés et le temps d'analyse pas suffisamment négligeable. Dans ce cas, si une analyse 2D est réalisée, certains auteurs montrent qu'il peut apparaître un lissage des gradients de champs thermiques si le temps de l'analyse augmente [Mar+14b; Mas14], remettant en cause l'hypothèse de se trouver dans le cadre d'une transformation adiabatique.

3.1.3 Bilan

Dans cette section, nous avons montré que le respect des principes de la thermodynamique permet de relier l'évolution de la température à différentes sources thermiques extrinsèques et intrinsèques au matériau, voir l'équation 3.2 page 45 [Lem09]. Cette équation spatio-temporelle est difficile à résoudre, car elle suppose de connaître parfaitement la température en tout point du volume ainsi que les conditions limites thermiques. Dans la littérature, différentes approches sont proposées pour simplifier ce problème.

La connaissance de la réponse thermique du matériau est généralement obtenue par thermographie infrarouge conduisant à la connaissance d'un champ bidimensionnel surfacique ou par l'utilisation de thermocouples donnant accès à une mesure moyenne locale. Ainsi, plusieurs réductions du problème spatial peuvent être effectuées. Une première consiste à considérer que le point matériel étudié et représentatif de tout le volume, sans échange par conduction (approche 0D). Et les deux autres considèrent les phénomènes de conduction dans une direction (approche 1D) ou dans les deux directions surfaciques (approche 2D) [Mun12; CL00]. Le choix de l'approche de résolution spatiale est souvent liée au choix de résolution temporelle et à l'éprouvette considérée.

2. Sous l'hypothèse de transformation adiabatique, nous pouvons négliger le terme de convection. Ainsi, les approches 0D, 1D et 2D sont régies par la même équation. Seule la notion de moyenne spatiale change.

La résolution temporelle peut être classée en deux grandes familles : régime stabilisé et régime transitoire. Lors d'une étude en régime stabilisé, l'analyse spatiale 1D et 2D requiert de connaître parfaitement la conductivité thermique et les conditions limites afin d'estimer correctement les champs de source. L'analyse 0D peut être appliquée en moyenne pour des matériaux homogènes tant que les sources thermiques sont elles aussi homogènes sur l'ensemble de la zone étudiée. L'analyse en régime transitoire se base sur l'hypothèse que la durée d'étude est suffisamment courte pour que la transformation puisse être considérée comme adiabatique. Dans ce cas, le terme de conduction peut être négligé et les hypothèses de résolutions spatiales 0D, 1D et 2D deviennent équivalentes sur un volume donné. L'avantage de cette stratégie de résolution temporelle est la possibilité de méconnaître les coefficients de conduction thermique qui peuvent être complexes à identifier dans le cadre de matériaux hétérogènes tels que les thermoplastiques fibrés étudiés. La difficulté de cette approche réside dans le choix de la durée d'étude pour pouvoir considérer que la transformation est quasi-adiabatique, notamment pour les approches 2D afin de ne pas lisser les gradients des sources thermiques [Mar+14b].

Dans notre étude, nous étudions des matériaux hétérogènes dont les coefficients de conduction thermique dépendent de la microstructure locale [FM03]. Aussi, nous souhaitons accéder aux champs de sources thermiques. Dans ce cadre, la résolution en régime transitoire semble la plus appropriée et nous proposons dans la suite un protocole d'analyse adapté à nos conditions expérimentales.

3.2 Thermographie infrarouge

Afin de résoudre l'équation de la chaleur à partir du champ thermique expérimental, nous devons l'acquérir expérimentalement. Dans nos travaux, nous nous sommes basés sur la *thermographie infrarouge* dont le principe est présenté dans cette section.

Tout corps ayant une température supérieure à 0K émet un *rayonnement* électromagnétique dans toutes les directions de l'espace couvrant la gamme de longueurs d'ondes $[0.1, 1000] \mu\text{m}$ et principalement la gamme $[1, 100] \mu\text{m}$, communément appelé *rayonnement thermique*. La thermographie infrarouge permet de mesurer ce transfert thermique et, dans certaines conditions, d'estimer la température du corps rayonnant. Cependant, l'obtention de l'image thermique avec une matrice de détecteur ne permet pas d'accéder directement à l'information recherchée. Un post-traitement est nécessaire. Ce post-traitement peut devenir très complexe ou complètement inexact si certaines précautions ne sont pas respectées [VM10].

De ce fait, nous commençons par présenter les fondamentaux sur le rayonnement infrarouge afin de mieux appréhender les résultats expérimentaux. Nous présentons ensuite les méthodes de calibration employées durant l'étude.

3.2.1 Les lois du rayonnement infrarouge : relation entre rayonnement thermique et température

Pour décrire les lois du rayonnement thermique, il est usuel de définir le *corps noir* (noté CN). Il est caractérisé par trois propriétés principales : 1) il absorbe la totalité du rayonnement incident indépendamment de sa direction et de sa longueur d'onde. Ce qui signifie qu'il n'y a aucune *réflexion* ni *transmission*. 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 un corps noir dépend de la longueur d'onde, mais pas de la direction d'émission.

Dans le particulier du corps noir, l'*exitance* (aussi appelée *émittance*) M est définie comme la densité surfacique de flux d'énergie émise par un rayonnement sur l'ensemble du spectre électromagné-

tique. Alors la loi de Stefan-Boltzmann montre la possibilité d'estimer la température d'un objet à partir du rayonnement que celui-ci émet sur l'ensemble du spectre électromagnétique par la relation :

$$M = \sigma T^4 \quad (3.13)$$

avec $\sigma = 5.67051 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}^4$ la constante de Stefan-Boltzmann et T la température absolue du corps noir. Nous comprenons alors qu'une caméra infrarouge « se contente » de convertir le flux émis par une scène thermique en température.

Notons qu'un capteur thermique infrarouge est sensible uniquement pour une certaine gamme du spectre électromagnétique notée $\Delta\lambda = [\lambda_a, \lambda_b]$. Dans ce cas, la loi de Stefan-Boltzmann ne peut plus s'appliquer telle que présentée équation 3.13. Cependant, en repartant des définitions des grandeurs énergétiques, de la représentation réduite de la loi de Planck et de la loi de déplacement de Wien, il est possible de montrer que la loi de Stefan-Boltzmann, pour une bande spectrale donnée, prend la forme :

$$M_{\Delta\lambda} = \sigma T^4 [z(x_b) - z(x_a)] \quad \text{avec } z(x) = \frac{\int_0^x y \, dx}{\int_0^\infty y \, dx}, \text{ et } y = \frac{ax^{-5}}{\exp\left(\frac{b}{x}\right) - 1} \quad (3.14)$$

où $x = \lambda/\lambda_m$ avec λ_m la longueur d'onde où la loi de Planck passe par un maximum pour une température T donnée et peut être calculée avec la loi de Wien; $a = 2\pi hc^2$; $b = hc/(\lambda_m kT)$ avec h est la constante de Planck, k la constante de Boltzmann et c la vitesse de propagation du rayonnement dans le milieu considéré [VM10; Gau99]. La fraction d'exitance du corps noir dans la bande spectrale $\Delta\lambda$, $F_{\Delta\lambda} = [z(x_b) - z(x_a)]$, est un nombre compris entre 0 et 1 pouvant être déterminé à partir des tables de CHABRY [Gau99].

Ainsi, nous pouvons utiliser la loi de Stefan-Boltzmann pour une bande spectrale donnée afin d'estimer la température du corps observé à partir du rayonnement mesuré par la caméra thermique. Précisons que le facteur multiplicatif $\Gamma(x_a, x_b)/\Gamma(0, \infty)$ est généralement évalué numériquement ou à l'aide d'une table.

3.2.2 Bilan radiométrique

Maintenant que nous savons comment lier la mesure de flux thermique à la température, il nous reste à déterminer le flux thermique provenant de l'objet étudié et dépendant de son environnement. Considérons dans un premier temps que la transmission de l'air est négligeable.

Si nous définissons ϵ l'émissivité, ρ la réflexion et τ la transmission du corps $\mathcal{C}$ tel que, d'après la loi du rayonnement de Kirchhoff, nous ayons à l'équilibre thermique la relation suivante :

$$\epsilon + \rho + \tau = 1 \quad (3.15)$$

alors nous pouvons effectuer le bilan radiométrique suivant (voir figure 3.4) :

$$\Phi_{\text{total}} = \epsilon \Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}(T_{\mathcal{C}}) + \rho \Phi_{\text{amb}}^{\text{CN}}(T_{\text{amb}}) + \tau \Phi_{\text{fond}}^{\text{CN}}(T_{\text{fond}}) \quad (3.16)$$

avec Φ_{total} le flux thermique total de la scène, $\Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}$ le flux thermique du corps assimilé à un corps noir, $\Phi_{\text{amb}}^{\text{CN}}$ le flux thermique de l'air ambiant à un corps noir et $\Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}$ le flux thermique du fond assimilé à un corps noir.

Notre matériau étant totalement opaque, nous nous retrouvons avec le bilan radiométrique suivant :

$$\Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}(T_{\mathcal{C}}) = \frac{1}{\epsilon} (\Phi_{\text{total}} - (1 - \epsilon) \Phi_{\text{amb}}^{\text{CN}}(T_{\text{amb}})) \quad (3.17)$$

Ainsi, pour estimer la température du corps $\mathcal{C}$, nous devons connaître la température ambiante T_{amb} et l'émissivité ϵ . Précisons que dans notre situation expérimentale, la température ambiante est proche de la température du corps. Les deux paramètres doivent donc être connus avec précision.

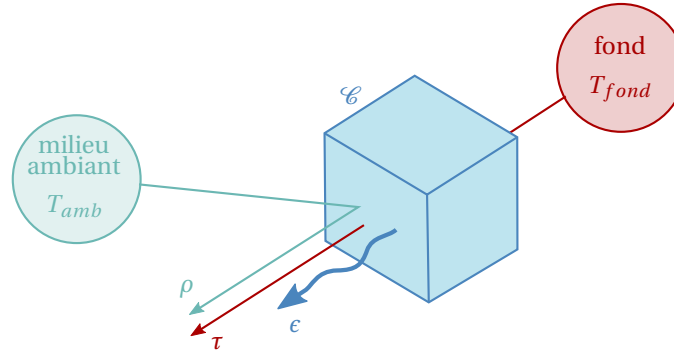


Figure 3.4 – Bilan radiométrique : décomposition des 3 contributions du rayonnement mesurable en négligeant la transmission de l'air. Inspirée de GAUSSORGUES [Gau99]

3.2.3 Détermination de l'émissivité ϵ

Quelles que soient la longueur d'onde et la température T_0 donnée, par définition, le corps réel $\mathcal{C}$ émet moins que le corps noir CN . L'émissivité $\epsilon \in [0, 1]$ est alors définie comme le facteur de comparaison des rayonnements thermiques tel que : $\Phi_{\mathcal{C}}(T_0) = \epsilon \Phi_{CN}^{CN}(T_0)$. Ce paramètre dépend de plusieurs facteurs comme la nature du matériau, l'état de surface, la longueur d'onde, mais aussi de l'angle d'inclinaison de l'observateur par rapport à la normale du corps $\mathcal{C}$.

Nous avons donc caractérisé l'émissivité de nos éprouvettes avec et sans revêtement de surface pour un angle d'observation variant de 0° à 90° par rapport à la normale de l'éprouvette $\mathcal{C}$. Nous allons dans un premier temps présenter le protocole expérimental inspiré des procédures présentées dans [VM10; Gau99] puis, nous montrons les résultats obtenus.

3.2.3.1 Protocole expérimental

Nous réalisons cette étude pour deux éprouvettes du matériau A prélevées à 0° et 90° , voir chapitre 2. Afin de pouvoir réaliser une estimation de l'émissivité du matériau pour un angle de mesure donné, nous nous basons sur la quantification des réflexions de l'éprouvette en fonction de l'angle de mesure en nous inspirant de la méthode proposée par PONCELET [Pon07], figure 3.5.

Une caméra infrarouge (FLIR Systems SC7600BB)³ et un corps noir étendu (HGH DCN1000N4) sont disposés symétriquement avec un angle α par rapport à la normale au support de l'éprouvette. Nous ferons évoluer cet angle α dans l'intervalle $[15^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ, 75^\circ]$. Pour chacun des angles, nous réaliserons deux acquisitions de 50 images : une avec une température du corps noir T_{CN1} inférieure à l'ambiante et une seconde avec une température T_{CN2} supérieure à l'ambiante, T_{CN2} ne devant pas être trop éloignée de l'ambiante afin de ne pas chauffer l'éprouvette par radiation. Lors de la caractérisation expérimentale, nous avons choisi $T_{CN1} = 5^\circ\text{C}$ et $T_{CN2} = 45^\circ\text{C}$. Notre plage de température d'étude se trouvant approximativement au centre de cette plage $[T_{CN1}, T_{CN2}]$.

Les données acquises sont moyennées temporellement et spatialement sur la zone de l'éprouvette rouge figure 3.5b afin de réduire les bruits de mesure, puis nous réalisons la soustraction des valeurs moyennes obtenues pour les deux températures de corps noir afin d'avoir uniquement la contribution de la réflexion : $R = T_{\text{moy}}^{T_{CN2}} - T_{\text{moy}}^{T_{CN1}}$. Dans ce cas, en considérant que les échanges corps noir/éprouvette

3. La caméra et la calibration appliquée seront présentées en détail section 3.2.5 page 59

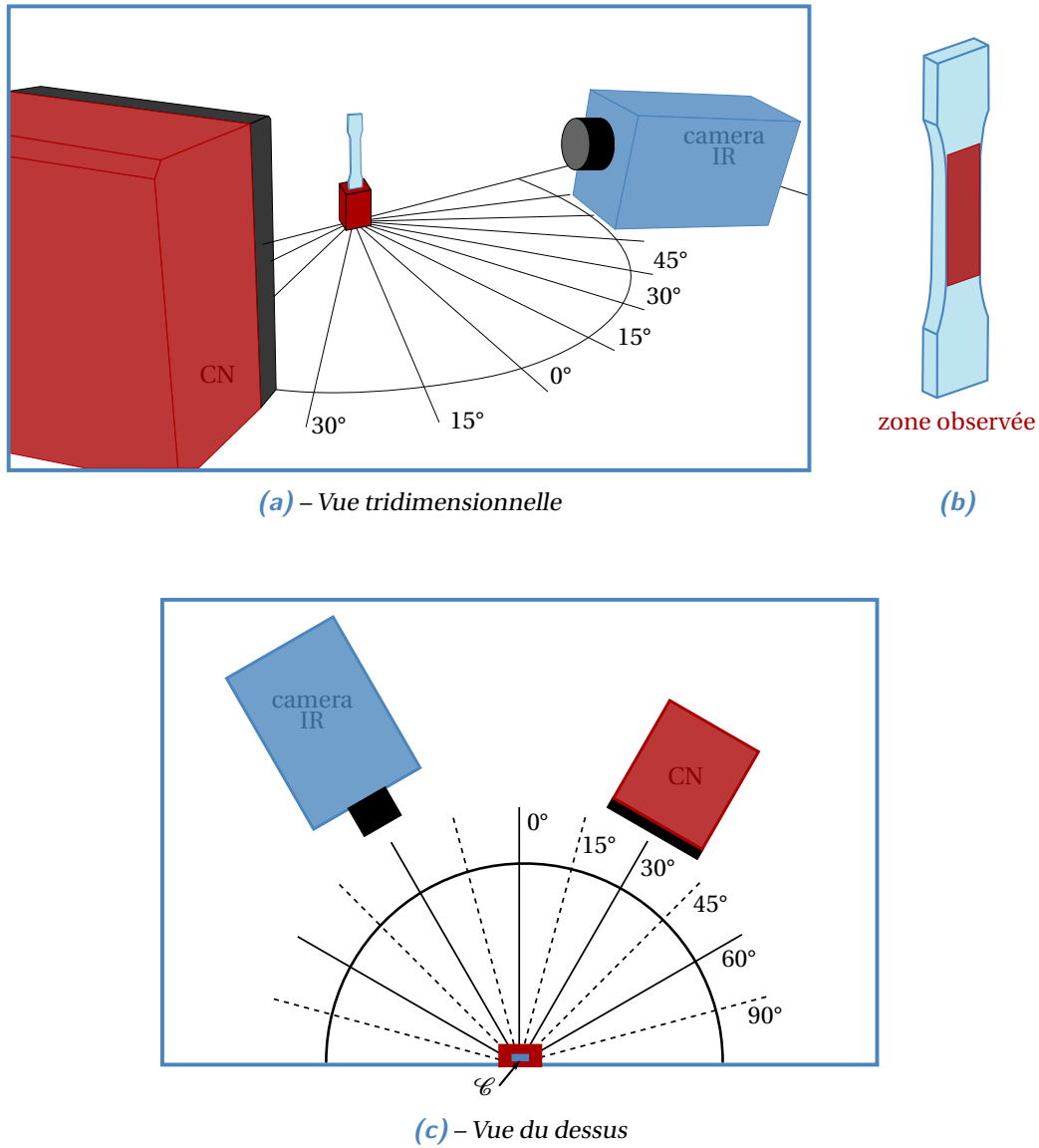


Figure 3.5 – Protocole expérimental de la mesure de l'émissivité en fonction de l'angle d'inclinaison de la caméra par rapport à la normale à la surface de l'éprouvette observée

et éprouvette/caméra sont parfaits, c'est-à-dire en négligeant la transmission de l'air, nous avons une estimation de l'émissivité de l'éprouvette avec la formulation suivante :

$$\epsilon(\alpha) = 1 - \frac{R(\alpha)}{T_{CN2} - T_{CN1}} \quad (3.18)$$

Ainsi, un corps qui réfléchit beaucoup aura $R(\alpha) \approx T_{CN2} - T_{CN1}$ donc une émissivité faible alors qu'un corps à haute émissivité aura $R(\alpha) \ll T_{CN2} - T_{CN1}$ donc une émissivité proche de 1.

Avant d'utiliser cette procédure, nous avons vérifié que nous retrouvons bien les valeurs connues d'émissivité pour des matériaux usuels comme le caoutchouc, l'acier poli ou encore l'acier peint.

3.2.3.2 Résultats

Nous allons présenter les résultats pour deux axes d'études. Dans un premier temps, nous allons observer l'influence de l'angle d'observation α sur l'émissivité du matériau brut pour les deux orientations de prélèvement 0° et 90° . Dans un second temps, nous proposons de comparer l'émissivité du matériau brut à celle du matériau peint avec une peinture noire à haute émissivité⁴ [Pon07; Paj13; Gau99].

3.2.3.2.1 Matériau brut

Dans un premier temps, nous voulons caractériser l'émissivité moyenne du matériau non peint afin de s'assurer de la nécessité d'appliquer une peinture à haute émissivité pour réaliser nos études énergétiques par auto-échauffement. Nous voulons également vérifier que l'orientation de prélèvement des éprouvettes n'influe pas ou peu sur les mesures thermiques. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 3.6. Nous pouvons dégager trois conclusions principales de ces courbes :

- l'émissivité du matériau non peint est suffisante pour réaliser une étude sans appliquer de revêtement à haute émissivité du moment que nous considérons une mesure thermique moyennée spatialement;
- la valeur de l'émissivité est bien dépendante de l'angle d'observation α . Cependant, tant que cet angle reste inférieur à 30° par rapport à la normale au support, nous pouvons considérer l'émissivité comme constante;
- enfin, l'orientation de prélèvement de l'éprouvette dans la plaque injectée n'influe pas sur la valeur de l'émissivité pour une zone moyennée spatialement. Aussi, la répétabilité de la mesure expérimentale est a priori bonne.

3.2.3.2.2 Matériau peint

Nous avons également souhaité vérifier l'intérêt d'utiliser un revêtement noir à haute émissivité. Pour cela, nous avons utilisé des éprouvettes prélevées à 0 et 90° que nous avons peintes avec une peinture noire mate sans contrôle de l'épaisseur du revêtement. Nous présentons les résultats obtenus figure 3.7 et les comparons aux précédents. Nous pouvons dégager trois conclusions principales :

- l'ajout d'un revêtement de surface à haute émissivité améliore l'émissivité de l'éprouvette en l'augmentant de 2 à 3% par rapport au matériau brut pour une mesure moyennée spatialement;

4. Durant toute la durée de l'étude, nous avons utilisé la peinture en spray Jelt noir mat haute température référence 5771.

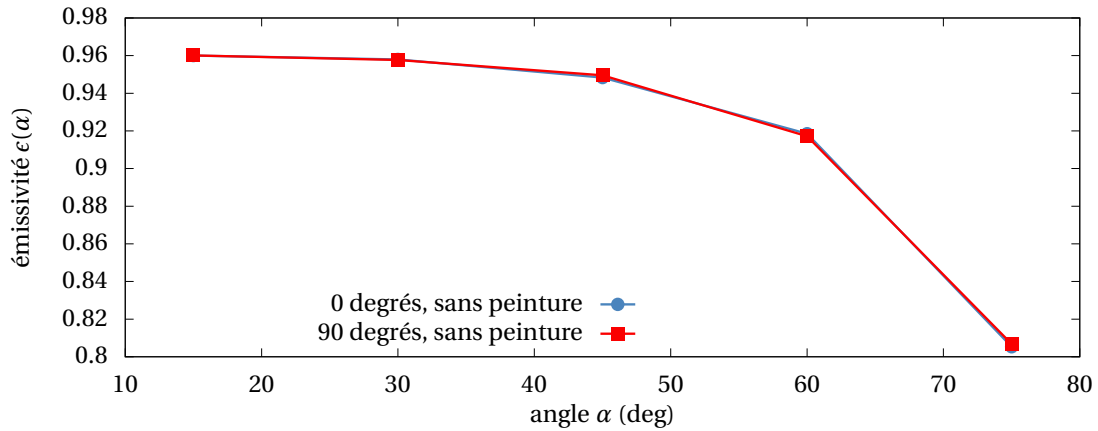


Figure 3.6 – Émissivité directionnelle en fonction de l'angle d'observation α pour des éprouvettes du matériau A non peint (SP) prélevées à 0° et 90°

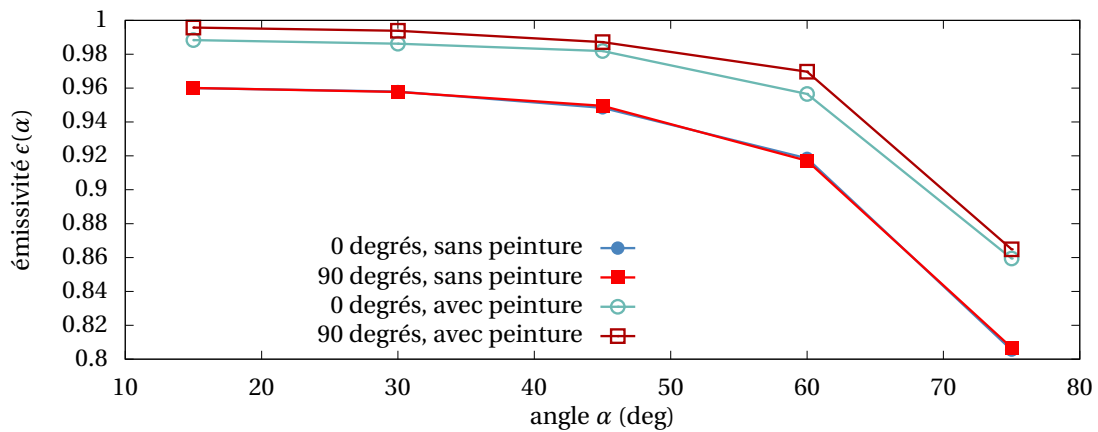


Figure 3.7 – Émissivité directionnelle en fonction de l'angle d'observation α pour des éprouvettes du matériau A peint (AP) et non-peint (SP) prélevées à 0° et 90°

- comme pour le matériau brut, l'émissivité peut être considérée comme constante tant que l'angle d'observation par rapport à la normale au support reste inférieur à 40° avant une chute rapide;
- enfin, nous pouvons supposer que l'épaisseur de la couche de peinture a une influence sur la valeur de l'émissivité. En effet, les résultats étant parfaitement répétables pour les éprouvettes brutes ayant une orientation de prélèvement différente, le manque de répétabilité observé sur les éprouvettes peintes vient probablement de l'épaisseur de peinture non maîtrisée ou de la rugosité induite avec l'application à l'aérosol.

Aux vues de ces conclusions, nous pourrions choisir de ne pas peindre nos pièces afin d'avoir une émissivité moyenne plus répétable. Cependant, comme nous pouvons le voir sur les figures 3.8b et 3.8a, les champs de température mesurés sont beaucoup moins homogènes sur les éprouvettes non peintes, et cela empêcherait l'exploitation des films IR sous forme de cartographie 2D de dissipation ou couplage thermo-élastique comme nous le présenterons dans la suite du manuscrit.

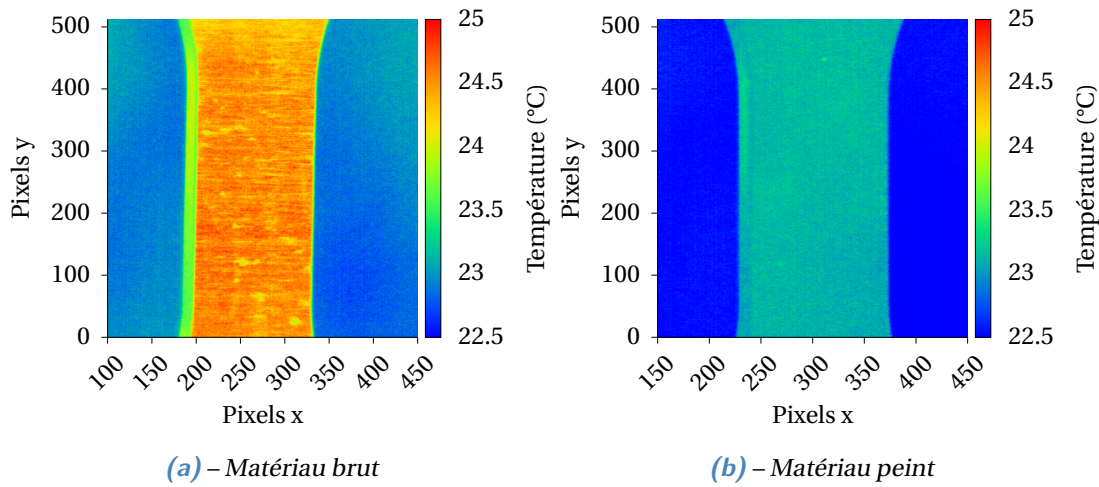


Figure 3.8 – Visualisation des cartographies thermiques obtenues pour des éprouvettes observées à $\alpha = 15^\circ$ et une température de corps noir T_{CN2}

3.2.3.3 Bilan

Cette étude expérimentale nous permet de répondre aux différentes questions soulevées et amène aux conclusions suivantes :

- 1) Nous notons une nette amélioration des propriétés émissives avec l'application d'un revêtement de surface à haute émissivité ainsi, dans toute la suite de l'étude, les éprouvettes étudiées avec un bilan radiométrique seront peintes avec cette même peinture. Quelques variations d'émissivité sont observées dues à l'irrégularité de l'épaisseur de peinture. Cette variation est faible et nous avons toujours $\epsilon > 0.98$ pour $\alpha < 30^\circ$ après application du revêtement. De ce fait, nous considérons que $\epsilon \approx 1$ ce qui conduit au bilan radiométrique suivant :

$$\Phi_{\epsilon}^{CN}(T_{\epsilon}) = \Phi_{\text{total}} \quad (3.19)$$

- 2) Nous pouvons considérer l'émissivité constante tant que l'angle d'observation α par rapport à la normale de la surface observée reste inférieur à 30° . Si nous devons observer le corps étudié avec une orientation α plus importante, le bilan radiométrique sera alors plus complexe à analyser ainsi que l'estimation de la température recherchée du corps.

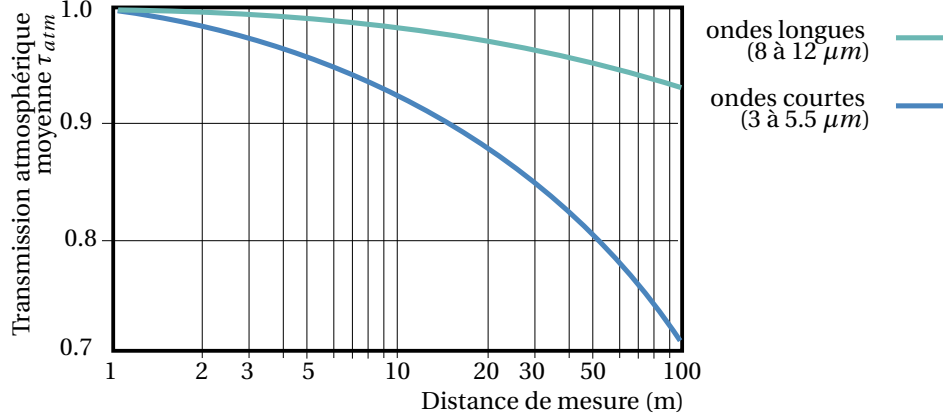


Figure 3.9 – Évolution du facteur moyen de transmission atmosphérique en fonction de la distance entre l'appareil de mesure et le corps $\mathcal{C}$. Abaque extraite de [Car06].

3.2.4 Influence de l'atmosphère

Si maintenant nous considérons que la transmission de l'air pourrait avoir un impact sur le rayonnement du corps $\mathcal{C}$ alors le bilan radiométrique devient :

$$\Phi_{\text{total}} = \tau_{\text{atm}} \Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}(T_{\mathcal{C}}) + (1 - \tau_{\text{atm}}) \Phi_{\text{atm}}^{\text{CN}}(T_{\text{atm}}) \quad (3.20)$$

Ainsi, la connaissance du coefficient de transmission avec l'air τ_{atm} devient essentielle. La loi de Planck nous informe qu'un corps à température ambiante ($\approx 300 \text{ K}$) émet majoritairement dans l'infrarouge c'est-à-dire $\lambda_{\mathcal{C}} \in [1\mu m, 12\mu m]$ et principalement dans les ondes moyennes c'est-à-dire $3\mu m$ à $5\mu m$ (MW, Middle Wave) et dans les ondes longues c'est-à-dire $8\mu m$ à $12\mu m$. Dans ce cas, si nous nous référons à l'abaque figure 3.9, en sachant que la caméra et le corps $\mathcal{C}$ seront espacés au maximum de 1.5 m nous pouvons considérer que $\tau_{\text{atm}} \approx 1$. Alors l'influence de la transmission de l'air peut bel et bien être négligée et, en nous assurant que l'angle α entre la caméra et la normale du support reste inférieur à 40° , nous pouvons réduire le bilan radiométrique comme présenté équation 3.19 :

$$\Phi_{\mathcal{C}}^{\text{CN}}(T_{\mathcal{C}}) = \Phi_{\text{total}}$$

3.2.5 De la théorie à la mesure

Maintenant que nous avons présenté les principes fondamentaux de la thermographie infrarouge et les précautions expérimentales nécessaires pour pouvoir relier le flux thermique mesuré à une cartographie de température, nous présentons le matériel utilisé durant cette étude ainsi que les calibrations adoptées.

3.2.5.1 Caractéristiques matériels

La caméra infrarouge utilisée durant ces travaux est une caméra FLIR Systems SC7600BB dont les caractéristiques sont répertoriées dans le tableau 3.1.

Caractéristiques	Valeur
détecteur	InSb photonique
bande spectrale	3.4-5.1 μm (MW)
unité de refroidissement	stirling
FPA	640×512 pixels
Pitch	15 μm
fréquence d'acquisition	1-100 Hz (pleine fenêtre)
temps d'intégration	200 ns-20 ms
NETD	20 mK

Table 3.1 – Caractéristiques de la caméra infrarouge FLIR Systems SC7600BB

Les détecteurs absorbent et convertissent le flux thermique en une tension. Notre caméra dispose d'une matrice de 614×512 détecteurs photoniques composés en Antimoniure d'Indium (InSb) permettant d'être sensible à une bande spectrale d'ondes moyennes⁵ afin de pouvoir mesurer des températures de l'ordre de 0°C jusqu'à 100°C avec une bonne sensibilité. Cette technologie de détecteurs fonctionne à une température de 77K. Pour l'atteindre, la caméra possède une unité de refroidissement (moteur Stirling). L'espace entre deux pixels, le pitch, est de 15 μm .

L'unité de détection possède également l'interface de lecture, ici par technologie CMOS, c'est-à-dire que chaque pixel dispose de sa propre tête de lecture. Cette unité de lecture convertit le flux thermique en signal numérique sur 14 bits (de 0 à 16384) nommé Digital Level (DL). Pour travailler sur une plage de température donnée de façon optimale, le temps d'intégration est adapté à la capacité de stockage d'un détecteur. Cela évite les saturations ou l'insuffisance de sensibilité. Pour cette caméra, avec la calibration constructeur, la résolution thermique (NETD, Noise Equivalent Temperature Difference) est de l'ordre de 20 mK.

Durant cette étude, nous avons utilisé deux objectifs à la caméra. Chacun possède ses propres caractéristiques de résolution spatiale et de bande passante répertoriée dans le tableau 3.2. L'objectif 50 mm est utilisé principalement pour l'observation de la face des éprouvettes tandis que le G1 est utilisé pour l'observation de la tranche des éprouvettes où il est intéressant d'avoir une meilleure résolution spatiale, figure 3.10.

3.2.5.2 Calibration

La calibration d'une caméra infrarouge regroupe l'ensemble des opérations nécessaires pour convertir l'image brute issue de la caméra en DL (proportionnel au flux thermique émis par la scène observée) en une cartographie de température. Cette calibration dépend de la caméra, de l'objectif, du temps d'intégration, du filtre éventuel et des conditions d'essais.

5. Une caméra sensible à une bande spectrale d'ondes longues (LW) aurait également pu convenir. Cependant, plus les longueurs d'onde sont courtes, meilleure est la sensibilité pour des températures proches de l'ambiante [Pon07 ; Paj13]

Objectif	50 mm	G1
résolution spatiale (μm)	100	15
bande spectrale (μm)	3.5-5	3.7-5.15
distance focale	1.5m à l'infini	300 mm

Table 3.2 – Caractéristiques des objectifs infrarouges

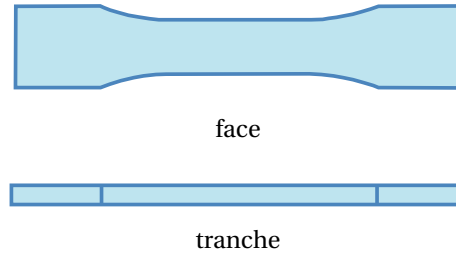


Figure 3.10 – Définition de la face et de la tranche d'une éprouvette

3.2.5.2.1 Calibration NUC à deux points

Majoritairement utilisés par les constructeurs, nous retrouvons deux types de calibration : la calibration de type NUC (Non Uniformity Correction) et la calibration de type CNUC (Compensated Non Uniformity Correction). Toutes deux s'appliquent en deux étapes : correction de la non-uniformité spatiale puis application de la fonction de passage des digital level (DL) en température [VM10; LeS10b; LeS17].

La non-uniformité spatiale se caractérise par un bruit spatial fixe d'une image à l'autre [M M96] qui est propre à la technologie des caméras photoniques et aux accessoires utilisés [Pon11; Mil85]. Dans le cas d'une calibration NUC à deux-points, sa correction est linéaire et se caractérise par des matrices de gain et d'offset, calculée à partir de deux images uniformes⁶ [Mud11; SC95] associées à deux températures distinctes :

$$\bar{X} = \alpha X + \beta \quad (3.21)$$

avec α la matrice de gain, β la matrice d'offset, X la cartographie brute et $\bar{X}$ la cartographie corrigée. Les matrices α et β étant définies telles que :

$$\alpha_{ij} = \frac{\langle A \rangle - \langle B \rangle}{A_{ij} - B_{ij}}, \quad \beta_{ij} = \langle A \rangle - \alpha_{ij} A_{ij} \quad (3.22)$$

où A et B représente les cartographies brutes en DL des deux images A et B considérées, $i \in [1, 640]$ et $j \in [1, 512]$ avec notre caméra (taille de la matrice de détecteur) et $\langle \cdot \rangle$ l'opération de moyenne spatiale de l'ensemble des éléments de la cartographie.

La calibration CNUC repose sur le même principe, mais compense en plus les variations de la température interne de la caméra. Cette variation de température ayant une influence sur la mesure du flux thermique en créant un rayonnement parasite. Dans ce cas, la cartographie corrigée s'exprime

6. Images obtenues avec un corps noir calibré par exemple. Notons que certaines corrections de non-uniformité spatiale en 3 points existent également et sont une amélioration par rapport aux corrections 1 ou 2 points [Ple12].

de la façon suivante :

$$\overline{X} = \alpha X + \beta + \gamma \left(T_{\text{cam}} - T_{\text{cam}}^{\text{ref}} \right) \quad (3.23)$$

où T_{cam} et $T_{\text{cam}}^{\text{ref}}$ sont respectivement la température actuelle de la caméra et la température référence de la caméra, γ la matrice de compensation de la variation de la température interne. Sa procédure d'identification est détaillée dans [LeS17].

Certains pixels donnent une réponse très éloignée de la réponse moyenne de la matrice de détecteurs. Nous parlons alors de *bad pixels*. Pour les déterminer, plusieurs critères de détection sont utilisés se basant sur la matrice de gain, sur la matrice d'offset ou encore sur la densité spectrale de bruit. Une fois le bad pixel détecté il est soit remplacé par son plus proche voisin non défaillant soit par une combinaison linéaire de ses plus proches voisins non défaillants.

Une fois la NUC (ou CNUC) appliquée, la calibration entre dans l'étape de conversion des DL en température en appliquant une fonction généralement polynomiale d'ordre inférieur ou égal à six. Ce polynôme n'est valable que pour les conditions expérimentales présentes : temps d'intégration, objectif, caméra, utilisation éventuelle de filtre, etc.

L'avantage de la calibration constructeur est sa rapidité d'utilisation. Étant contenue directement dans la mémoire vive de la caméra, elle peut être appliquée en temps réel. La résolution de la caméra utilisée avec la calibration constructeur est de l'ordre de 20mK . Les inconvénients de cette approche sont que la correction de non-uniformité n'est réalisée (et donc exacte) que pour deux températures, la réponse des détecteurs étant non linéaire [VM10]. De plus, cette correction est réalisée en moyenne et donc la valeur du pixel perd son sens. Cette calibration n'est donc pas suffisante si nous souhaitons mesurer et exploiter un champ de température pixel à pixel.

3.2.5.2.2 Calibration pixel à pixel

Le principe de l'identification pixel à pixel (*pixelwise calibration*) porte sur l'identification d'un polynôme de conversion de DL en température pour chaque pixel, indépendamment de ses voisins. Ainsi, la procédure de calibration NUC ou CNUC en deux étapes est réalisée en une seule opération [LeS17; Pon07; Hon05]. Ainsi, pour chaque pixel ij de la matrice de détecteurs, en compensant la variation due à l'évolution de la température interne de la caméra, la relation polynomiale suivante est identifiée :

$$T_{ij} = \sum_{n=0}^N \left[\sum_{m=0}^M a_{nm} \left(T_{\text{cam}} - T_{\text{cam}}^{\text{ref}} \right)^m \right] \cdot DL_{ij}^n, \quad \forall n, m \in \mathbb{N}^* \quad (3.24)$$

Dans notre étude, nous considérons $n = 4$ et $m = 2$ conformément aux observations expérimentales [LeS17]. La procédure d'identification de ces paramètres est donnée dans [Mas15; LeS17; Mas14].

En utilisant cette calibration, la détection des pixels défectueux doit être adaptée. Plusieurs stratégies sont proposées dans la littérature [Pon07; Hon05; LeS17]. Dans cette étude, nous utilisons la stratégie de LE SAUX qui propose de les détecter en se basant sur un critère défini à partir de l'histogramme cumulatif du paramètre polynomial constant a_{00} [LeS17].

L'avantage de cette calibration est donc le fait que chaque valeur associée à un pixel possède une signification thermique ainsi que la nette amélioration de la résolution thermique qui est de l'ordre de 10mK [LeS17]. LE SAUX illustre cette amélioration avec une comparaison des différentes méthodes de calibration basée sur différents indices : moyenne, valeur maximale, écart type [LeS17]. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle ne peut pas être utilisée en temps réel et qu'une calibration doit être réalisée pour chaque ensemble thermique de mesure : caméra, objectif, filtre éventuel, mais aussi pour chaque temps d'intégration.

3.2.5.2.3 Bilan et résolution thermique

Chaque fois que possible, nous utiliserons les calibrations pixel à pixel disponibles pour les deux objectifs utilisés et un temps d'intégration de $1800\mu s$. Dans certaines circonstances, nous avons dû augmenter le temps d'intégration afin d'avoir plus de sensibilité sur de (très) faibles variations de température. Dans ce cas, nous utilisons la calibration NUC à deux points du constructeur.

La résolution obtenue pour chacune des calibrations est présentée figure 3.11. La résolution en température d'une caméra infrarouge est quantifiée par le NETD (Noise Equivalent Temperature Difference) qui quantifie la sensibilité thermique. Expérimentalement, le calcul de NETD est évalué à partir des fluctuations temporelles de la température mesurée pendant l'observation d'une scène thermique stabilisée. Cette fluctuation temporelle de la température mesurée peut être approximée par une distribution gaussienne standard [VM10] :

$$f(x) = \frac{A}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (3.25)$$

avec A l'amplitude, σ l'écart type et μ la valeur moyenne. Le NETD est alors défini comme étant l'écart type. La figure 3.11 présente les cartographies d'écarts types, calculés pixel-à-pixel, pour les quatre calibrations utilisées dans des conditions réelles d'essais et non en filmant un corps noir. Ainsi, les valeurs de résolution obtenues peuvent varier légèrement d'un essai à l'autre et sont présentées comme étant l'ordre de grandeur de résolution attendue. De manière générale, nous pouvons constater que la calibration pixel à pixel permet une amélioration de résolution thermique d'un peu plus de 60% par rapport à la calibration constructeur avec une meilleure homogénéité spatiale.

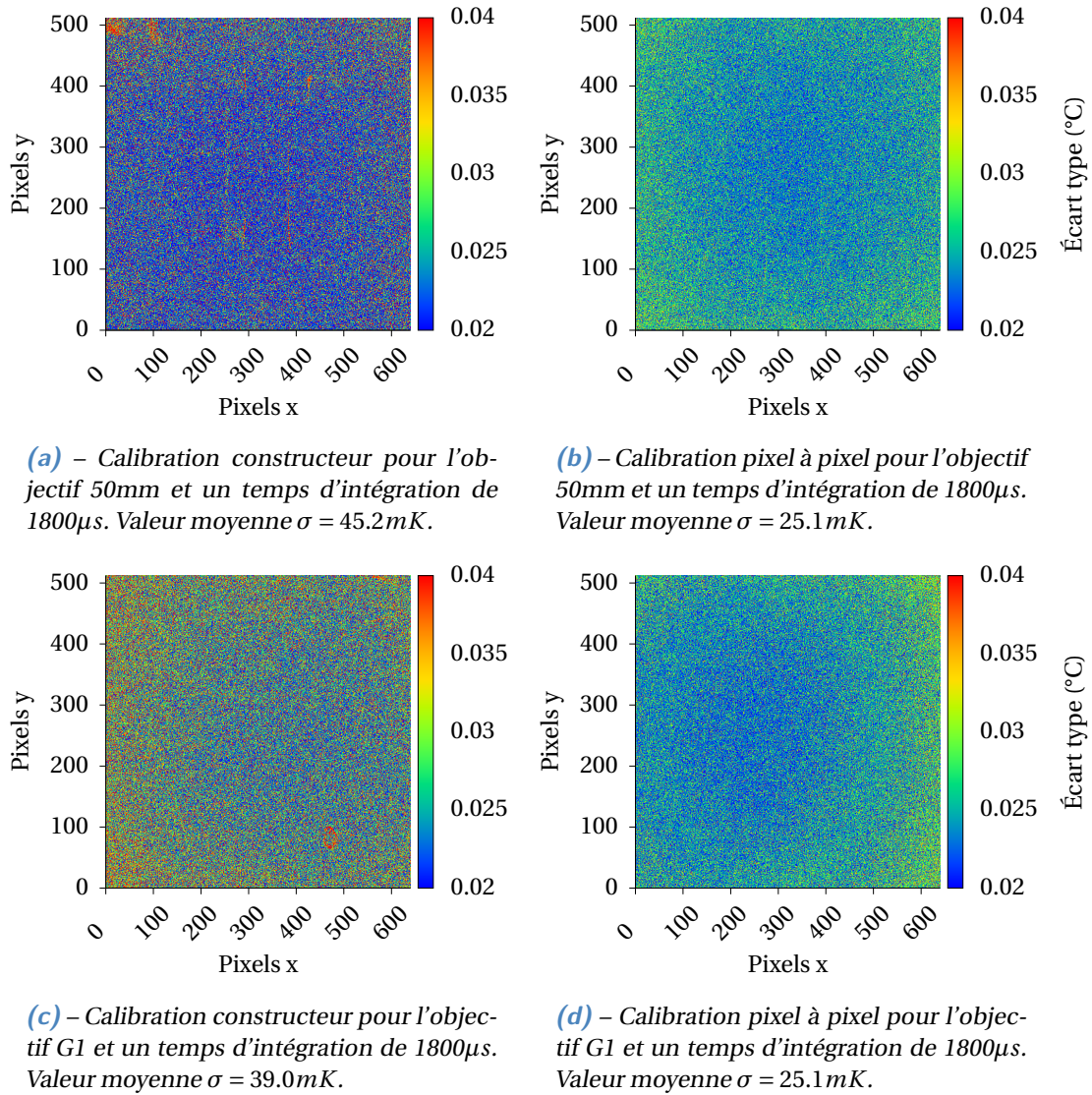


Figure 3.11 – Cartographie des NETD pour chaque calibration utilisée dans les conditions réelles d'essai

3.3 Proposition d'une méthode de résolution

Dans cette section, nous présentons la méthode de résolution de l'équation de la chaleur utilisée durant cette étude. Nous établissons ensuite le protocole expérimental avant de finir avec la méthode de génération des courbes d'auto-échauffement.

3.3.1 Simplification de l'équation de la chaleur

En référence à l'état de l'art section 3.1.2 page 45, nous faisons le choix de résoudre l'équation de la chaleur 3.2 en régime transitoire, c'est-à-dire que nous émettons l'hypothèse que nous réalisons l'étude de la variation temporelle de la température surfacique mesurée pendant une durée suffisamment courte pour pouvoir considérer la transformation comme adiabatique. Dans ce cas, nous pouvons négliger le terme de conduction thermique et les échanges avec l'extérieur impliquant que l'équation de la chaleur proposée par LEMAITRE et CHABOCHE [Lem09] peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial T}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} \simeq \Delta + \mathcal{C}_e \quad (3.26)$$

avec, rappelons-le⁷, Δ la dissipation intrinsèque, le couplage thermo-élastique $\mathcal{C}_e$ et en négligeant le terme de transport de la dérivée particulaire de la température comme proposé par [Dou04; Jég12; Mas14].

Dans notre cas, nous pouvons simplifier ce problème en émettant plusieurs hypothèses :

- les variations de température sont suffisamment faibles (inférieures à quelques degrés) pour pouvoir considérer les valeurs de ρ et c_p comme constantes lors d'un test (voir chapitre 2, figure 2.18 page 31) ;
- la dissipation intrinsèque moyenne par cycle peut être considérée comme constante d'un cycle à l'autre [Ser15]. Pour respecter cette hypothèse il est nécessaire d'analyser la réponse cyclique à partir du premier cycle stabilisé, c'est-à-dire à partir du premier cycle où l'aire de boucle peut être considérée constante. Pour les matériaux étudiés, cette condition est vérifiée à partir du 3 ou 4^e cycles de chargement comme nous le montrons chapitre 4, figure 4.21 page 112.

Alors, en travaillant en différence de température $\theta = T - T_0$, l'équation 3.26 s'écrit sous la forme suivante :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial \theta}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} \simeq \Delta + \mathcal{C}_e \quad (3.27)$$

Il est également possible de définir la dissipation intrinsèque moyenne pour un cycle Δ^* de façon à ce qu'elle soit indépendante de la fréquence [Mas14; Ser15] telle que :

$$\Delta = f \Delta^* \quad (3.28)$$

Nous obtenons une première forme simplifiée de l'équation de la chaleur vraie en tout point du volume de l'éprouvette à condition que les hypothèses ci-dessus soient justifiables. Cependant, comme nous l'avons explicité, la caméra ne donne qu'une estimation surfacique de la température de la scène observée. De plus, elle ne suit pas le mouvement de la matière, mais reste fixe dans le référentiel de la machine. Ainsi, les cartographies de température obtenues ne permettent pas directement de lier

7. Rappelons également que si nous reprenons les observations de différents auteurs [LaR00; Lia+00; Bou04; Mar+14b] alors nous pouvons également supposer que le couplage des variables internes $\mathcal{C}_{V_k}$ est négligeable devant le couplage thermo-élastique $\mathcal{C}_e$ et devant l'évolution de la dissipation intrinsèque Δ .

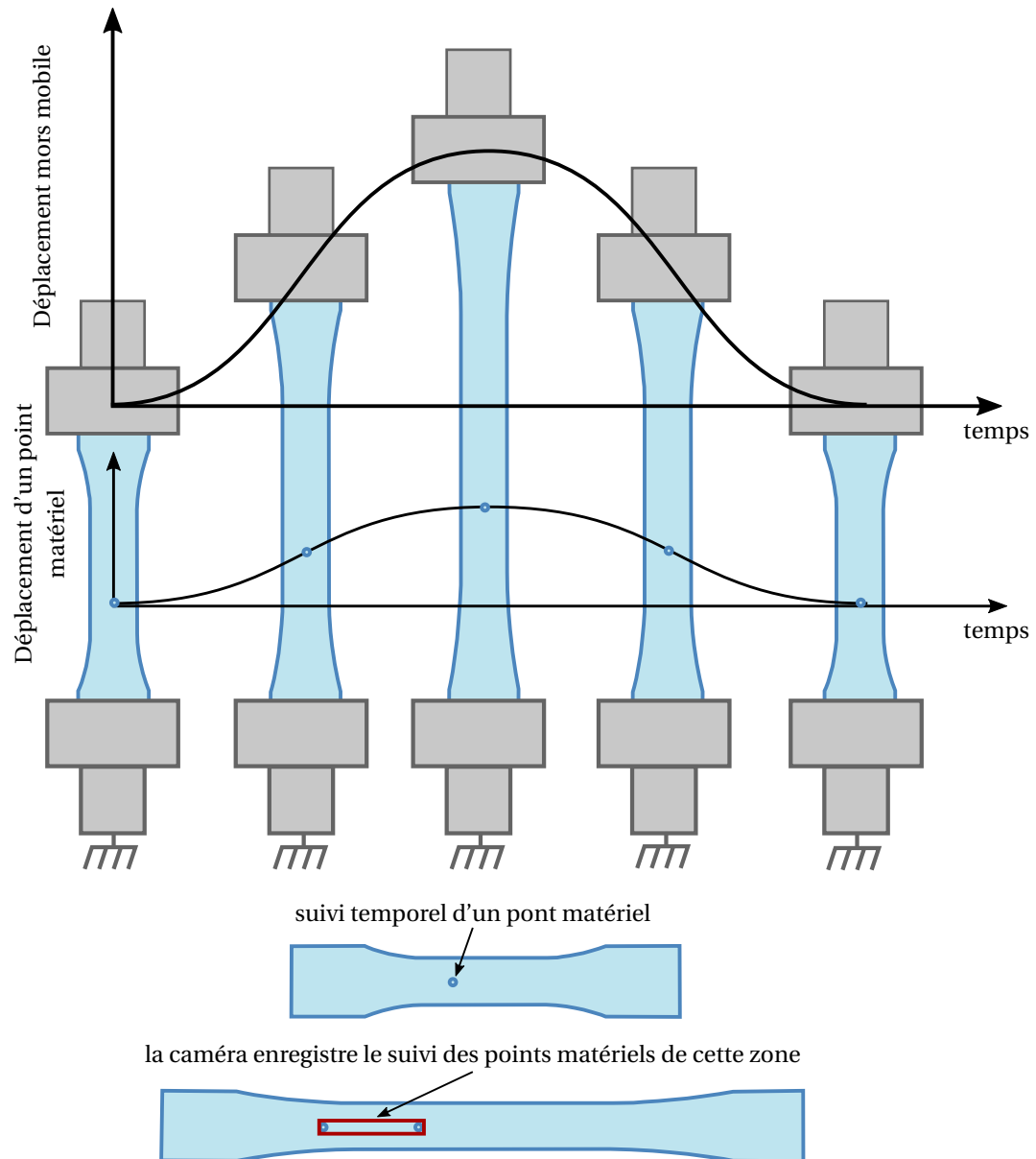


Figure 3.12 – Illustration du déplacement temporel d'un point matériel par rapport à un pixel filmé dans le référentiel de la machine d'essais. Échelle des déplacements volontairement exagérée pour illustrer le phénomène (les déplacements réels sont de l'ordre du millimètre).

l'évolution temporelle thermique d'un pixel à l'évolution temporelle thermique d'un point matériel comme nous l'illustrons sur la figure 3.12. L'évolution temporelle thermique d'un pixel correspond alors à l'évolution thermique temporelle d'un ensemble de points matériels filmés à différents instants (encadrés en rouge sur la figure 3.12). Or les matériaux thermoplastiques renforcés en fibres courtes de carbone étudiés possèdent des caractéristiques mécaniques, et donc des champs de sources thermiques, qui dépendent de la microstructure locale. Différents cas d'études doivent être considérés :

- 1) Comme nous présentons dans le chapitre 5, nous souhaitons tout particulièrement identifier la dissipation intrinsèque moyenne par cycle Δ qui peut être liée à la durée de vie de l'éprouvette. Ainsi, si nous cherchons uniquement à connaître la dissipation moyenne par cycle sans nous préoccuper du couplage thermo-élastique, nous pouvons utiliser la procédure proposée par MASQUELIER, MARCO *et al.* [Ser15; Mar+14b; Mas14]. Dans ce cas, en considérant que la déformation plastique est négligeable, nous pouvons considérer les données acquises uniquement pour une configuration mécanique donnée. Ainsi, en traitant uniquement ces images, un point matériel correspond bien à un ou un groupe de pixels, figure 3.13. Sous ces conditions, l'équation de la chaleur se simplifie sous la forme suivante :

$$\rho c_p \left. \frac{\partial \theta}{\partial t} \right|_{t \rightarrow t_0} \simeq f \Delta^* \quad (3.29)$$

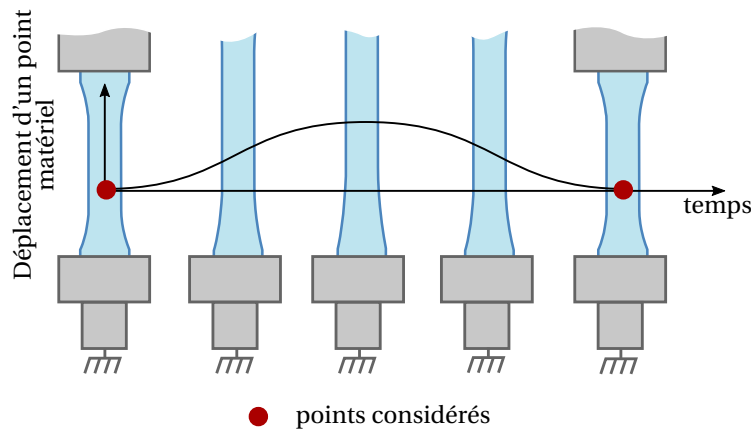


Figure 3.13 – Illustration de la stratégie de résolution proposée par MASQUELIER, MARCO *et al.* [Mas14; Mar+14b; Ser15]

- 2) Si nous souhaitons connaître l'amplitude du couplage thermo-élastique, alors nous ne pouvons plus considérer une configuration mécanique donnée par cycle, mais étudier un nombre minimum de points qui nous permettra de reconstruire le signal sinusoïdal attendu [Bou04; Kra00]. Dans ce cas, nous sommes à nouveau confrontés au problème que l'évolution temporelle thermique d'un pixel ne correspond pas à l'évolution temporelle thermique d'un point matériel, mais à celle d'un ensemble de points matériels positionnés sur l'axe u_x , voir figure 3.12 et 3.14. En considérant les deux situations d'observation figure 3.14 dont les justifications sont présentées chapitre 2, nous pouvons faire l'approximation qu'en moyenne suivant u_x la microstructure est homogène. Ainsi, nous pouvons supposer en première approximation que chaque point matériel suivant u_x possède les mêmes sources thermiques et donc que l'évolution thermique temporelle d'un pixel peut être associée à l'évolution thermique temporelle

d'un même point matériel. Nous obtiendrons alors un lissage des valeurs d'identification des sources thermiques suivant $\underline{u}_x$.

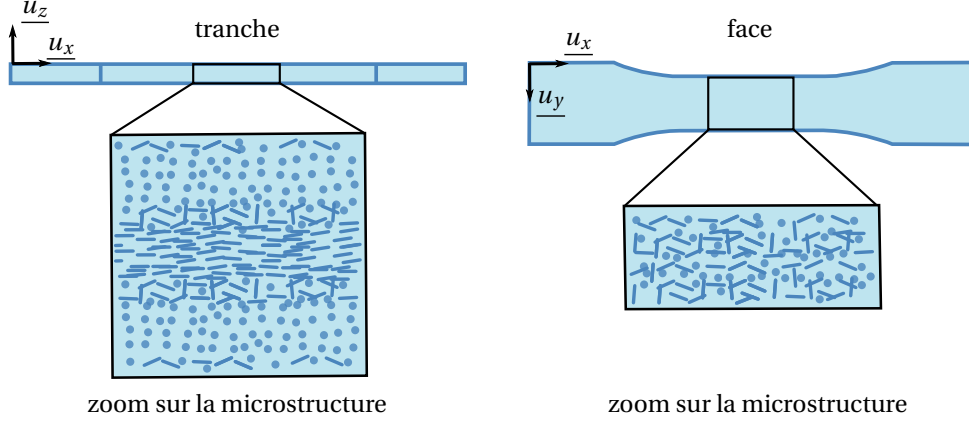


Figure 3.14 – Microstructure de la face observée par thermographie infrarouge

- 3) La troisième stratégie de résolution consiste à recalcr les images du film IR afin qu'un pixel puisse être rattaché au même point matériel tout au long de l'enregistrement. Pour cela, nous proposons le protocole proposé sur la figure 3.15. Cette opération consiste à ajouter un marqueur local à faible émissivité sur la face de l'éprouvette étudiée (point jaune sur la figure). En pratique, nous réalisons cela avec un feutre argenté brillant. Le film IR suit ensuite un traitement numérique visant à recalcr le marqueur de chaque image à la même position que celui de la première image du film. Dans ce cas, pour chaque instant t du film, les pixels au niveau du marqueur suivront l'évolution temporelle du même point matériel associé. Comme ce recalcr se fait en un point, plus nous nous éloignons de ce point et moins cette correspondance sera exacte en raison de la présence des déformations du matériau entraînant un nouveau lissage de la réponse temporelle thermique d'un pixel suivant la direction de sollicitation. Cependant, étant donnée la faible surface utile observée par thermographie infrarouge et les très petits déplacements considérés avec les éprouvettes et matériaux étudiés, le nouveau lissage peut être supposé négligeable⁸. Comme nous le présenterons dans la suite du manuscrit, cette solution donne de meilleures résolutions que les solutions 1) et 2).

Dans cette étude, nous utiliserons principalement les méthodes 2) et 3) selon la visibilité du marqueur⁹. D'après les travaux de KRAPEZ et *al.* [Kra00], pour ces méthodes de résolution, nous proposons d'identifier les champs de sources thermiques tels que :

$$\forall t \in \mathbb{R}_+, \quad t \rightarrow 0, \quad \theta = T - T_0 = \frac{f}{\rho c_p} \Delta^* \times t + C_e \sin(f \times t + \phi) \quad (3.30)$$

8. Si les déplacements étaient plus importants, nous pourrions envisager un deuxième marqueur afin de procéder à un recalcr élastique entre les deux marqueurs. Cela améliorerait encore le recalcr bien que les déformations non linéaires ne seraient pas considérées. Dans notre étude, cette lourdeur numérique supplémentaire ne semblait pas justifiée. Le temps de recalcr d'un film avec un marqueur est en effet déjà conséquent : entre 5 et 10 minutes pour un film de 1000 images.

9. En effet, dans certaines conditions d'essai, le marqueur à faible émissivité devient difficilement visible par la routine numérique de recalcr du film. Dans ce cas, la méthode 3) est inenvisageable. Cela arrive principalement lorsque la face observée possède de fortes hétérogénéités de champ de source thermique pouvant créer des spots locaux difficilement différenciables du marqueur recherché.

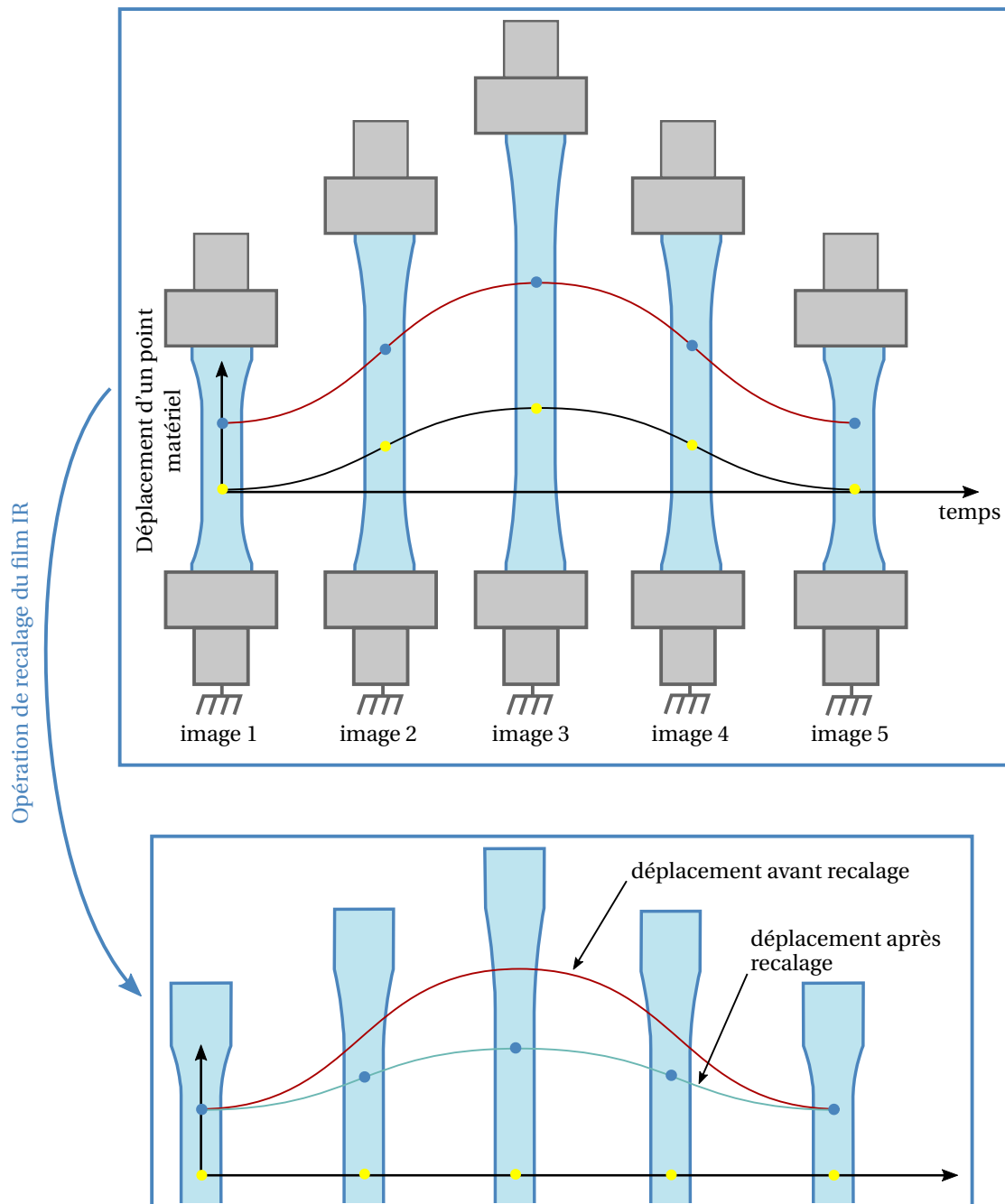


Figure 3.15 – Procédure de recalage des films IR en utilisant un marqueur à faible émissivité (point jaune sur la figure) afin de pouvoir associer l'évolution temporelle thermique d'un pixel à celle d'un même point matériel.

avec T_0 la température initiale, f la fréquence de la sollicitation mécanique, C_e l'amplitude du couplage thermo-élastique et ϕ le déphasage entre la sollicitation mécanique et l'acquisition thermique.

Nous identifierons les paramètres T_0 , Δ^* , C_e et ϕ pour l'évolution temporelle thermique de chacun des pixels. Cela nous permet notamment d'obtenir des cartographies de dissipation intrinsèque Δ^* et de couplage thermo-élastique C_e .

3.3.2 Protocoles expérimentaux

Les essais mécaniques d'auto-échauffement sont réalisés sur une machine électrodynamique INSTRON modèle E10000 d'une capacité de $10kN$ ou sur une machine hydraulique INSTRON 1342 d'une capacité de $100kN$ toutes deux présentées plus en détail section 4.2 page 98. L'ensemble des essais sont pilotés en effort. La mesure de la déformation moyenne est réalisée à partir d'un extensomètre à couteaux dans certains cas. Mais en règle générale, nous préférons ne pas utiliser de moyen de mesure de la déformation afin de ne pas « polluer » le champ thermique par d'éventuelles réflexions ou des conditions d'échanges thermiques localisées.

Les éprouvettes sont soumises à une campagne d'auto-échauffement en régime transitoire. Dans ce cas, nous réalisons une sollicitation pilotée en effort qui consiste en une succession de blocs de chargement cyclique d'amplitude de contrainte croissante, séparés par des paliers de refroidissement à effort nul pendant une durée de t_{relax} , figure 3.16. Chaque bloc est constitué de 30 cycles à iso amplitude, à une fréquence de 1 ou $2Hz$ et avec un rapport de charge R nul ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0$). Le paramètre t_{relax} dépend de l'amplitude de chargement, mais l'ordre de grandeur est de 3 et $15min$ de façon à laisser le temps nécessaire à l'éprouvette pour retrouver un équilibre thermique avec l'air ambiant. Le dernier bloc de chargement est mené jusqu'à rupture avec relevé du nombre de cycles auquel elle intervient. Des essais de fatigue ont aussi été réalisés. Ils reprennent les mêmes paramètres de sollicitation pour un seul bloc de chargement mené jusqu'à rupture¹⁰.

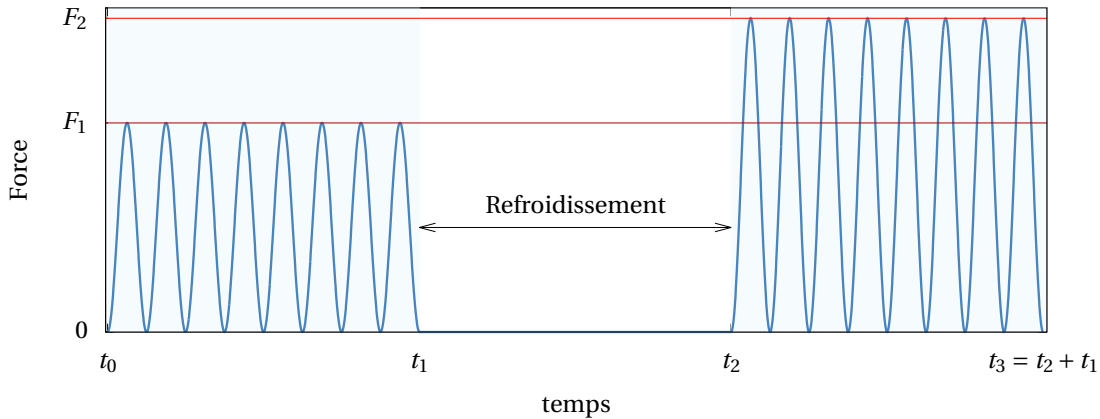


Figure 3.16 – Sollicitation mécanique de l'éprouvette lors d'un essai d'auto-échauffement

10. Nous présenterons au chapitre 5 page 144 la justification du choix d'aller jusqu'à rupture lors d'un essai de fatigue.

3.3.3 Génération des courbes d'auto-échauffement

Comme nous le présentons dans le chapitre 5, un critère d'endurance énergétique peut être déterminé à partir d'une *courbe d'auto-échauffement*. Celle-ci relie l'énergie dissipée par cycle à l'amplitude de contrainte des blocs de chargement.

Pour cela, SERRANO propose deux approches [Ser15]. Une première approche globale qui consiste à évaluer la dissipation intrinsèque moyenne avec la méthode 1) (voir paragraphe 3.3.1 page 65). Pour chaque bloc de chargement, la dissipation intrinsèque Δ^* est identifiée comme étant l'élévation moyenne de la réponse thermique temporelle moyennée pour l'ensemble des pixels présents dans la zone utile de l'éprouvette. Cette approche est également employée par d'autres auteurs [Mas14; Mar+14b; Mas15; LaR00].

La seconde approche, locale, consiste à déterminer sur le dernier palier de chargement le *point chaud* (illustré pour une éprouvette amincie de notre étude figure 3.17) de surface plus petite et ayant une température plus importante que son voisinage. SERRANO identifie cette zone comme étant celle d'initiation précédant la propagation brutale de la fissure conduisant à la rupture de l'éprouvette. La dissipation intrinsèque Δ^* est ensuite identifiée à partir de l'évolution temporelle moyennée de l'ensemble des pixels du point chaud pour chacun des paliers de chargement. En procédant ainsi, SERRANO montre une différence entre les courbes d'auto-échauffement des analyses locale et globale qui a tendance à augmenter pour les derniers paliers de la courbe d'auto-échauffement [Ser15].

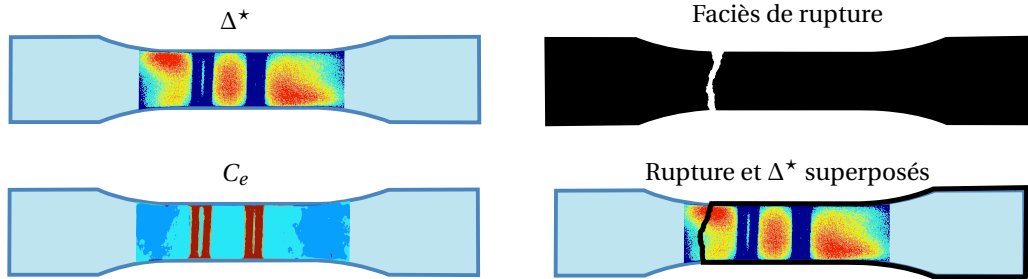


Figure 3.17 – Exemple de visualisation d'un point chaud en vis-à-vis du faciès de rupture pour une éprouvette de type A-G1-4-0-3P. Le couplage thermo-élastique apparaît constant dans la zone utile. La dissipation est légèrement plus forte au niveau de l'apparition de la fissure après observation du faciès de rupture.

Nous proposons dans cette étude de réaliser une approche globale. Conformément à la proposition de l'équation d'évolution temporelle de la température 3.30, nous identifions la dissipation intrinsèque Δ_k^* et le couplage thermo-élastique C_{ek} pour chacun des pixels k de la zone utile de l'éprouvette. La figure 3.18 montre le résultat de l'identification pour un pixel, en considérant l'évolution thermique à partir du quatrième cycle et sur une durée de trois secondes (soit 6 cycles). Nous obtenons ensuite la valeur moyenne de dissipation intrinsèque Δ_m^* pour un niveau de chargement donné en effectuant la moyenne des valeurs obtenues pour chaque pixel :

$$\Delta_m^* = \langle \Delta_k^* \rangle, \quad \forall k \in \mathbb{P} \quad (3.31)$$

$\mathbb{P}$ représentant l'ensemble des pixels de la zone utile. Effectuer la moyenne des valeurs identifiées plutôt que d'identifier une valeur moyenne sur l'évolution temporelle moyenne d'un ensemble de pixels permet de limiter le bruit d'identification, mais est numériquement plus coûteux. La figure

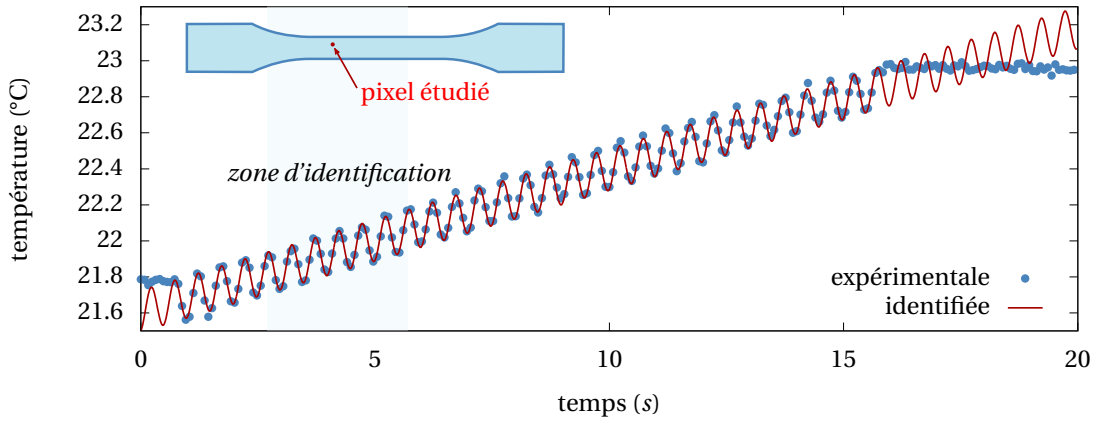


Figure 3.18 – Exemple d'identification de la réponse temporelle thermique d'un pixel d'une éprouvette de type A-G2-4-0-3 à partir de l'équation d'évolution thermique 3.30 page 68. L'identification est réalisée à partir du quatrième cycle pour se trouver dans un état de cycle stabilisé et pendant trois secondes afin de pouvoir vérifier l'hypothèse de quasi adiabaticité. Comme nous pouvons le voir, la pente décrivant l'évolution moyenne de la température, c'est-à-dire la dissipation intrinsèque sous ses hypothèses, est constante pour une durée supérieure. Les hypothèses faites concordent avec les observations expérimentales

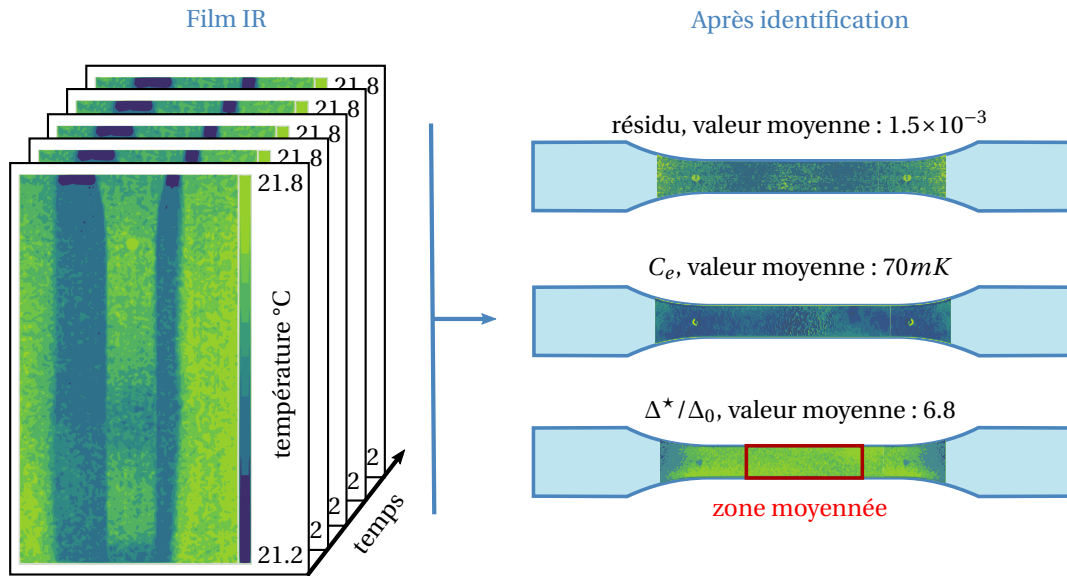


Figure 3.19 – Exemple de cartographies de dissipation, de couplage thermo-élastique et de résidus associés, obtenues pour une éprouvette de type A-G2-4-0-3 sollicitée à une amplitude de chargement $\sigma_a/\sigma_0 = 1.38$ pour un rapport de charge $R = 0$ et une fréquence de 2 Hz. L'encadré rouge montre la zone utile utilisée pour obtenir la dissipation moyenne Δ_m^* et tracer les courbes d'auto-échauffement.

3.19 illustre cette procédure d'identification pour une éprouvette de type A-G2-4-0-3 sollicitée à une amplitude de chargement $\sigma_a/\sigma_0 = 1.38$ pour un rapport de charge $R = 0$ et une fréquence de 2Hz .

Nous faisons le choix de ne pas procéder à une analyse locale telle que proposée par SERRANO [Ser15]. En effet, durant notre étude, le point chaud n'est pas toujours localisé sur la zone utile de l'éprouvette ni même dans le champ de vision de la caméra. Dans cette étude, nous préférons alors privilégier une approche globale nous permettant de comparer les essais les uns par rapport aux autres tout en étant conservatif.

L'obtention de la courbe d'auto-échauffement complète est obtenue en identifiant la valeur moyenne de la dissipation intrinsèque Δ_m^* pour l'ensemble des blocs de chargement, figure 3.20. Chaque point de cette courbe nécessite donc de solliciter l'éprouvette à une amplitude donnée durant une vingtaine de cycles et de la laisser refroidir avant de passer au bloc de chargement suivant. Ainsi, une seule éprouvette et une demi-journée d'essais sont nécessaires pour obtenir une courbe d'auto-échauffement.

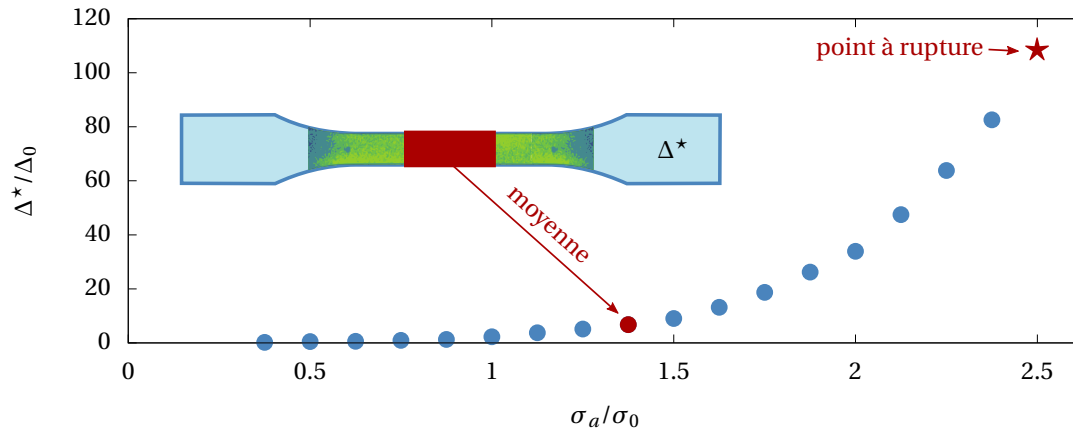


Figure 3.20 – Exemple d'obtention d'une courbe complète d'auto-échauffement pour une éprouvette de type A-G2-4-0-3 sollicitée à différentes amplitudes σ_a pour un rapport de charge $R = 0$ et à une fréquence de 2Hz .

3.4 Résultats

Dans cette section, nous allons présenter plusieurs résultats de courbes d'auto-échauffement obtenues à partir de la méthode présentée dans les sections précédentes.

3.4.1 Répétabilité

Sur la figure 3.21, nous montrons une comparaison des mesures de dissipation intrinsèque entre deux essais d'auto-échauffement complets et deux essais de fatigue pour des éprouvettes de type A-G2-4-0-3.

Comme nous pouvons le voir, jusqu'à une amplitude de contrainte $\sigma_a/\sigma_0 = 2$, les courbes d'auto-échauffement sont parfaitement répétables avec les précautions expérimentales et la stratégie d'analyse proposée dans cette étude. Dans les paliers suivants, une très légère divergence apparaît. Pour

ces deux essais d'auto-échauffement, les éprouvettes ont cassé en moins de 2000 cycles (284 et 1886 cycles). D'une manière générale, pour éviter l'apparition de divergence (même faible) entre les courbes d'auto-échauffement, il suffit de s'assurer que le nombre de cycles à rupture du dernier bloc de chargement soit supérieur au millier de cycles afin d'éviter ainsi l'établissement de nouvelles sources dissipatives. En effet, lorsque le nombre de cycles à rupture est limité devant le nombre de cycles étudiés en auto-échauffement, certains auteurs [Bou04; Lia+00; LaR00] présentent l'apparition de phénomènes dissipatifs supplémentaires non considérés par nos hypothèses et cadre d'étude.

Les deux essais de fatigue se superposent aux courbes d'auto-échauffement complètes montrant que l'histoire du chargement obtenu avec les paliers d'auto-échauffement précédents n'impacte pas la mesure de la dissipation intrinsèque.

3.4.2 Influence du recalage de la vidéo

Dans la section précédente, afin que l'évolution temporelle thermique d'un pixel puisse être associée à un point matériel fixe sur l'éprouvette, nous avons présenté une stratégie de recalage du film infrarouge en utilisant un marqueur à faible émissivité. Nous pouvons alors nous demander qu'elle est l'influence d'une telle procédure sur les résultats d'identification des sources thermiques.

Sur la figure 3.22, nous présentons les résultats obtenus pour une éprouvette de type A-G1-8-0-2 avec ou sans recalage du film infrarouge pour une sollicitation mécanique d'amplitude $\sigma_a/\sigma_0 = 1.75$, un rapport de charge $R = 0$ et une fréquence de 2 Hz .

Comme nous pouvons le voir sur les cartographies de dissipation et couplage thermo-élastique, les champs déduits n'évoluent pas énormément. Une diminution de l'effet de flou est notable, notamment au niveau du marqueur qui apparaît plus nettement, mais les valeurs et les gradients apparents restent les mêmes.

Si maintenant nous regardons les profils obtenus en moyennant les valeurs verticales de la zone utile en fonction de l'épaisseur normalisée de l'éprouvette, nous avons la confirmation que le recalage du film n'a aucune conséquence sur l'estimation de la dissipation. Cependant, nous pouvons noter une surestimation (environ 10% pour ce niveau de chargement) du couplage thermo-élastique si le film est non recalé. Cette erreur est fonction du niveau de chargement et de l'orientation moyenne des fibres. En effet, les déformations d'une éprouvette moins bien orientée étant plus importantes, nous avons constaté que l'erreur pouvait atteindre 20% pour les derniers niveaux de chargements.

Nous pouvons conclure que si l'étude ne concerne que la mesure de dissipation intrinsèque alors, pour les matériaux étudiés restant en petites déformations, le recalage n'est pas nécessaire. Cependant, si une étude quantitative du couplage thermo-élastique est souhaitée, il devient important de corriger le film infrarouge. Une étude qualitative reste cependant possible sans recalage et sans atténuation des gradients dans l'épaisseur.

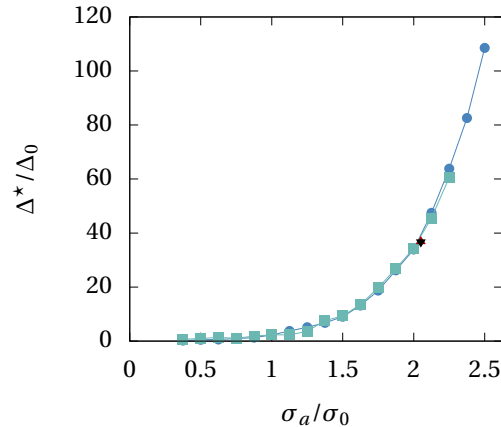


Figure 3.21 – Répétabilité de la mesure de dissipation intrinsèque moyenne pour des éprouvettes de type A-G2-4-0-3 soumises à des essais d'auto-échauffement et des essais de fatigue.

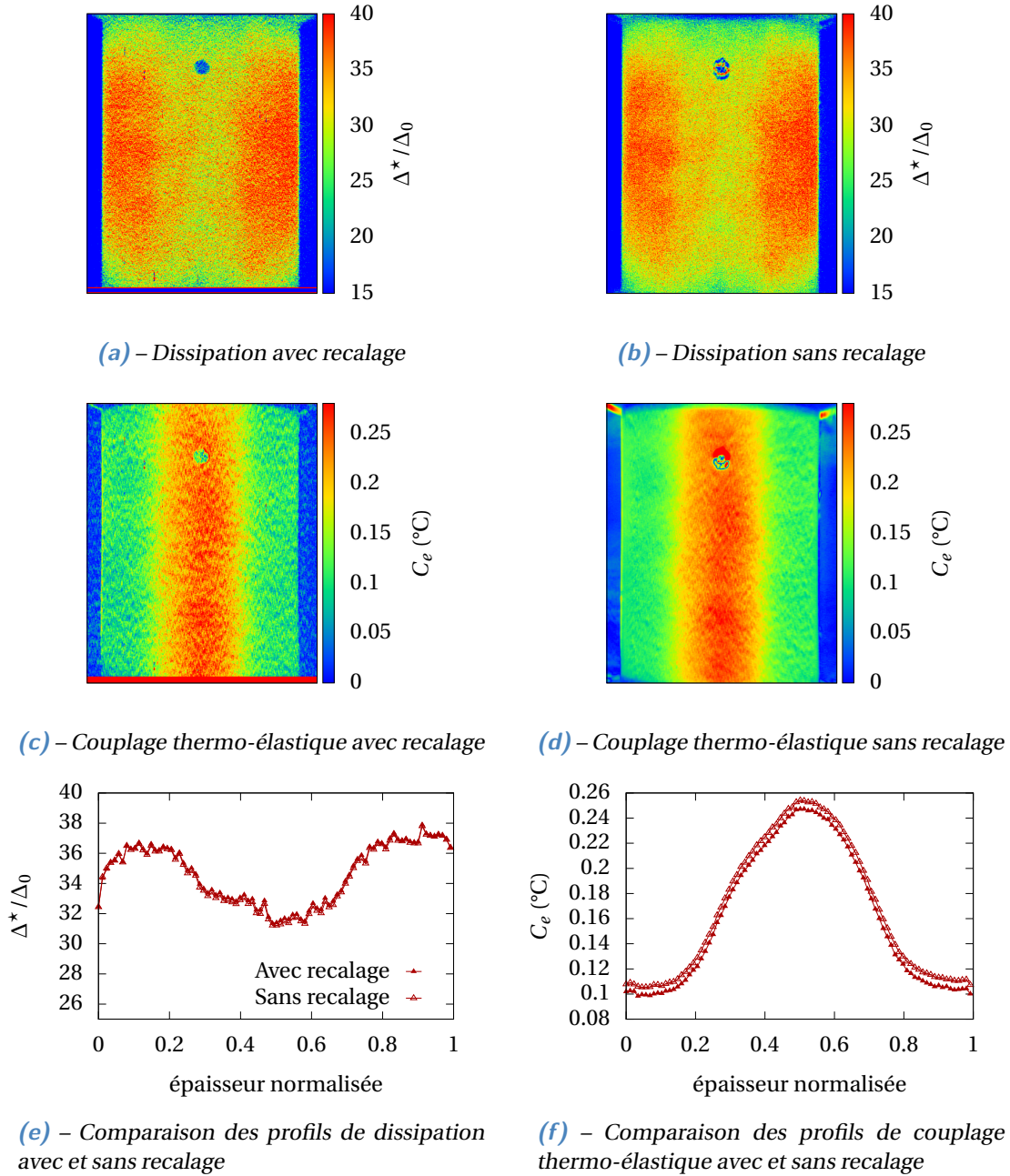


Figure 3.22 – Étude de l'influence du recalage des films IR sur les résultats d'identification de la dissipation et du couplage thermo-élastique

3.4.3 Influence de l'orientation

Pour observer l'influence de l'orientation principale des fibres au sein des éprouvettes sur la dissipation intrinsèque moyenne, les courbes d'auto-échauffement obtenues pour les éprouvettes amincies prélevées à 0°, 15°, 30°, 45°, 60° et 90° sont présentées sur la figure 3.24. L'intérêt de travailler sur les éprouvettes amincies est de ne pas avoir d'effet structurel dû à l'anisotropie de type cœur/peau des éprouvettes complètes. Ainsi, comme nous l'avons montré au chapitre 3 section 3.4.3, les résultats obtenus sont représentatifs du comportement d'une orientation majoritaire donnée. Nous pouvons constater que le classement des courbes est corrélé vis-à-vis de l'orientation moyenne des fibres. En effet, d'après l'expression de la dissipation intrinsèque dans le formalisme des matériaux standards généralisés, une éprouvette prélevée à 90° dissipe plus qu'une éprouvette prélevée à 0°. Notons aussi que la variation de la dissipation intrinsèque pour un même niveau de chargement n'est pas une fonction linéaire de l'orientation, mais semble avoir un gradient plus important pour les orientations comprises entre 15° et 45°.

Le couplage thermo-élastique moyen évolue linéairement en fonction de l'amplitude de contrainte validant l'hypothèse de la présence d'une élasticité linéaire. Nous constatons également que la pente est dépendante de la direction de prélèvement de l'éprouvette et croît avec la diminution de l'orientation moyenne des fibres. Bien que cela fera l'objet d'une prochaine étude plus approfondie, en considérant un comportement essentiellement élasto-viscoélastique comme nous le montrerons dans le chapitre 4 page 85, sur la base d'un modèle rhéologique simplifié proposé sur la figure 3.23, dans le cadre des matériaux standards généralisés [Hal75], il est possible d'écrire [Hon+05] :

$$\rho\psi = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}}) : \mathbf{E}_0 : (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}}) + \frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}} : \mathbf{E}_1 : \underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}} - \alpha T I : \mathbf{E}_0 : (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}}) \quad (3.32)$$

avec ψ l'énergie libre de Helmholtz, $\underline{\underline{\epsilon}}$ la déformation totale, $\underline{\underline{\epsilon}}^{\text{an}}$ la déformation anélastique, T la température et α le coefficient de dilatation thermique. Dans ce cas, pour un chargement sinusoïdal uniaxial, il est alors possible de montrer que :

$$C_e = -\alpha \sigma_a \mathcal{F}(f, E_0, E_1, \eta, \phi) \quad (3.33)$$

avec σ_a l'amplitude du chargement, ϕ le déphasage de la réponse anélastique, f la fréquence et $(f, E_0, E_1, \eta, \phi) \rightarrow \mathcal{F}(f, E_0, E_1, \eta, \phi)$ une fonction de ces paramètres. Aux vues des résultats expérimentaux, il semblerait que la fonction $\mathcal{F}$ soit constante en fonction de l'amplitude de chargement σ_a . De plus, étant dépendante des raideurs élastiques, nous retrouvons bien une amplitude de couplage thermo-élastique dépendant de l'orientation moyenne des fibres.

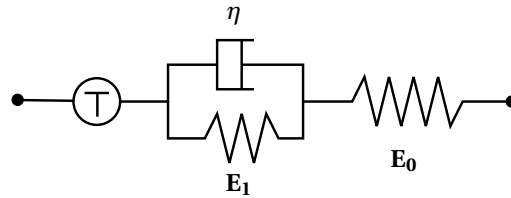


Figure 3.23 – Modélisation simplifiée de la réponse thermo-élasto-viscoélastique du matériau. Détermination du couplage thermo-élastique

Nous pouvons également comparer les courbes d'auto-échauffement obtenues avec les éprouvettes complètes et amincies. Nous présentons les résultats obtenus pour des orientations de prélèvements à 0° et 90° figure 3.25.

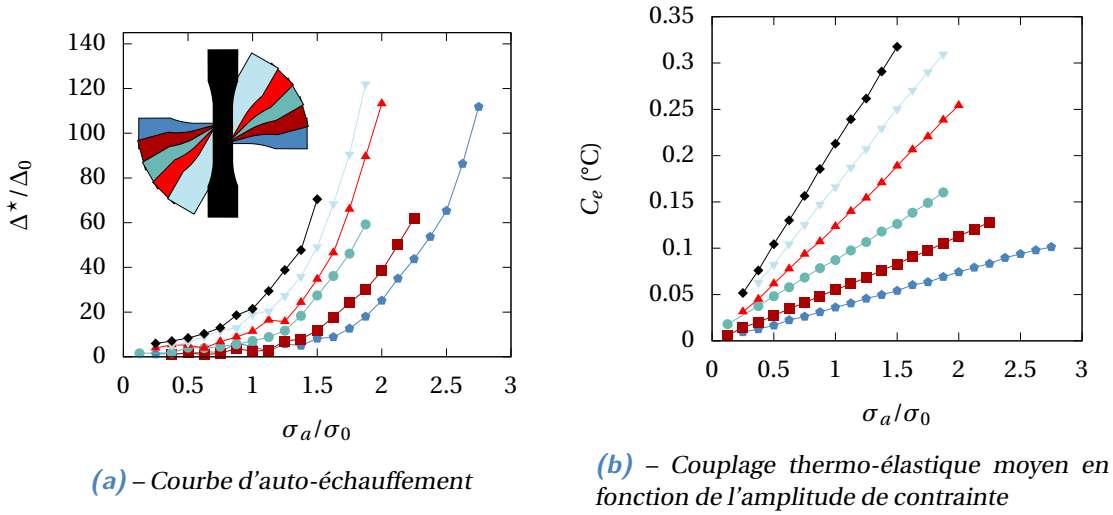


Figure 3.24 – Courbe d'auto-échauffement et de couplage thermo-élastique moyen obtenues avec des éprouvettes amincies prélevées à 0° , 15° , 30° , 45° , 60° et 90°

Nous constatons que les courbes des éprouvettes amincies, où la microstructure est correctement maîtrisée, forment des courbes enveloppes des éprouvettes complètes, ce qui concorde avec les résultats de la figure 3.24, si nous considérons l'effet de l'orientation moyenne seule. En effet, dans le sens de la sollicitation, l'orientation moyenne des fibres de l'éprouvette amincie prélevée à 0° , a_{11}^M , est supérieure à celle de l'éprouvette complète, a_{11}^C , $a_{11}^M = 0.89 > a_{11}^C = 0.79$. Et inversement, l'orientation moyenne des fibres de l'éprouvette amincie prélevée à 90° , a_{22}^M , est inférieure à celle de l'éprouvette complète, a_{22}^C , $a_{22}^M = 0.06 < a_{22}^C = 0.13$. Ces données étant obtenues en moyennant les tenseurs d'orientation expérimentaux présentés au chapitre 2.

Cependant, un effet structurel dû à l'effet cœur/peau pourrait également avoir une influence sur la dissipation moyenne de l'éprouvette en induisant des contraintes de cisaillement inter couche. Cet effet ne semble pas être prédominant, si l'on se base sur les résultats obtenus dans cette section étudiant l'influence de l'orientation moyenne des fibres.

3.4.4 Influence de l'épaisseur

Dans cette étude, nous utilisons plusieurs épaisseurs d'éprouvettes : 3mm , 4mm et 8mm afin d'étudier son influence sur la réponse thermomécanique des matériaux étudiés. Cette étude est motivée par la présence de différentes épaisseurs sur les pièces industrielles fabriquées avec ses matériaux, épaisseurs pouvant aller jusqu'à 10mm .

Dans un premier temps, nous proposons d'étudier la réponse de la dissipation intrinsèque moyenne en construisant la courbe d'auto-échauffement pour les différentes épaisseurs d'éprouvette du matériau A en observant la tranche de l'éprouvette (figure 3.10 page 61) afin d'obtenir la moyenne sur l'épaisseur et non en surface, figure 3.26. Comme nous pouvons le voir, jusqu'à un niveau d'amplitude $\sigma_a/\sigma_0 \approx 1.5$ la réponse est répétable en moyenne d'une éprouvette à l'autre, pour les trois épaisseurs.

Pour des chargements plus importants, les dissipations des éprouvettes de 3mm et 4mm sont analogues à un écart près pouvant être assimilé à de la répétabilité de mesure. Cependant, la dissipa-

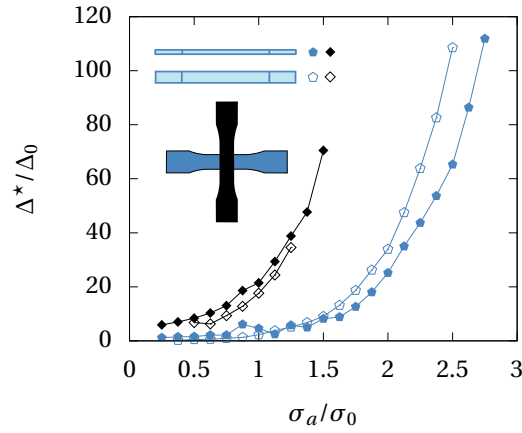


Figure 3.25 – Comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur éprouvettes complètes et amincies pour des orientations de prélèvement de 0° et 90° .

tion moyenne de l'éprouvette de $8mm$ d'épaisseur s'écarte brusquement et fortement des deux autres courbes d'auto-échauffement. Si nous observons la composante principale des tenseurs d'orientations expérimentales moyennée sur l'épaisseur pour chacune des éprouvettes, nous obtenons :

$$a_{11}^{3mm} = 0.79 \approx a_{11}^{4mm} = 0.76 > a_{11}^{8mm} = 0.46$$

Cette différence de microstructure moyenne entre l'éprouvette épaisse et les éprouvettes minces pourrait expliquer cet écart de dissipation sur la courbe d'auto-échauffement. Cependant, conformément aux résultats de la figure 3.24, nous aurions dû nous attendre à une dissipation plus élevée pour l'éprouvette épaisse à tous les paliers de chargement. Ainsi, en plus de l'orientation moyenne, nous pouvons supposer l'influence d'un effet structural influant sur la réponse dissipative de l'éprouvette, l'état de contrainte n'étant plus nécessairement homogène dans l'épaisseur. En effet, la figure 3.30 montre que les zones de transition de l'éprouvette de $8mm$ d'épaisseur sont bien plus importantes que celles des éprouvettes de $3mm$ et $4mm$ d'épaisseur, pouvant donner lieu à des chargements complexes défavorables tels que le cisaillement.

Nous pouvons conclure qu'une variation d'épaisseur de la structure ne semble pas impacter la mesure moyenne de la dissipation intrinsèque du moment que celle-ci reste faible, car cette variation d'épaisseur influe faiblement sur l'orientation moyenne. Cependant, pour les structures épaisses, nous pouvons conclure que la réponse dissipative moyenne est impactée par la présence d'un gradient cœur/peau plus marqué et probablement d'un effet structural complexe, soulignant

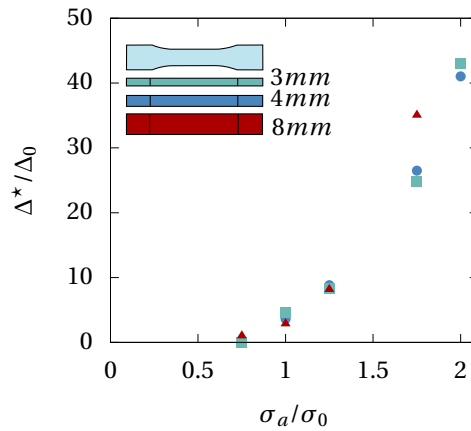


Figure 3.26 – Comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues pour des éprouvettes de types A-G1-3-0-2, A-G1-4-0-1 et A-G1-8-0-2.

l'importance de recourir à des éprouvettes à microstructure simple en vue d'une caractérisation du matériau.

Observons maintenant les cartographies de dissipation et de couplage thermo-élastique obtenues sur la tranche de l'éprouvette pour les trois épaisseurs d'éprouvettes de l'étude. Les résultats présentés sont obtenus pour un rapport de charge $R = 0$, une fréquence de 2Hz et une amplitude de chargement adimensionnée $\sigma_a/\sigma_0 = 1.75$.

Nous pouvons constater une grande similitude pour les résultats sur les éprouvettes de 3mm et 4mm , tant en cartographie de dissipation qu'en couplage thermo-élastique¹¹. Cependant, contrairement aux éprouvettes de 3mm et 4mm d'épaisseur qui ont une cartographie de dissipation homogène, nous observons une hausse d'environ 15% de la dissipation sur les peaux de l'éprouvette de 8mm d'épaisseur. Aussi, le gradient de couplage thermo-élastique des éprouvettes de 8mm d'épaisseur est plus important que pour les deux autres, en concordance avec les mesures expérimentales de la microstructure.

Afin d'illustrer ces variations plus explicitement, les figures 3.28 et 3.30 montrent l'évolution moyenne des gradients de dissipation et de couplage thermo-élastique dans la section des éprouvettes, en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.

Sur le graphique des coupes de dissipation, nous retrouvons que les dissipations des éprouvettes de 3mm et 4mm d'épaisseur sont constantes sur l'ensemble de l'épaisseur avec un léger effet de bord sur environ 0.1mm à 0.2mm de l'épaisseur. Ces effets de bord peuvent être expliqués par le fait que les arrêtes des éprouvettes possèdent des congés anguleux accentués par l'épaisseur de peinture à haute émissivité appliquée sur la face observée. Ainsi, l'angle d'observation par rapport à la normale des congés varie et devient supérieur à 45° , entraînant une chute de l'émissivité (voir section 3.2 page 52). La coupe de dissipation de l'éprouvette de 8mm d'épaisseur évolue avec une diminution à cœur de façon symétrique par rapport au centre de l'éprouvette. Cette évolution va à l'encontre des attentes : l'orientation moyenne des fibres en peau est proche de la direction principale de sollicitation contrairement à l'orientation moyenne à cœur. Ainsi, nous pourrions attendre un pic de dissipation à cœur plutôt que sur les peaux. Ce bloc de chargement étant à un niveau de contrainte où la rupture intervient en quelques milliers de cycles, des phénomènes dissipatifs plus complexes dus à un effet structurel pourraient expliquer cette cartographie. En effet, pour les niveaux de chargement inférieurs, nous retrouvons l'homogénéité présente sur les éprouvettes de 3mm et 4mm d'épaisseur, la figure 3.29 illustre cela pour un chargement $\sigma_a/\sigma_0 = 1.5$.

Sur le graphique des coupes de couplage thermo-élastique, figure 3.30, nous retrouvons les tendances pressenties sur les cartographies : une réponse similaire pour les éprouvettes d'épaisseurs 3mm et 4mm avec un cœur faiblement marqué principalement pour la 4mm et une amplitude de couplage thermo-élastique plus faible que pour l'éprouvette d'épaisseur 8mm . Notons également un

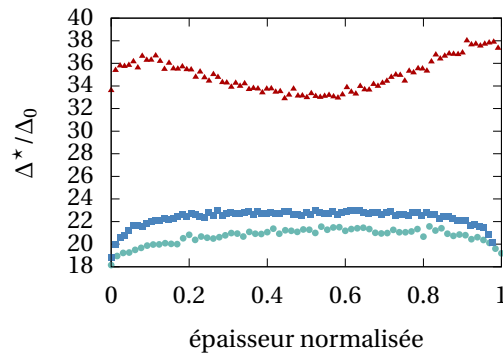


Figure 3.28 – Évolution de la dissipation moyenne selon la hauteur de la zone utile en fonction de l'épaisseur normalisée de l'éprouvette pour les trois épaisseurs d'éprouvette étudiées.

11. Les petites tâches au cœur de la cartographie de couplage thermo-élastique de l'éprouvette de 4mm d'épaisseur sont dues à un défaut local de peinture et n'ont de ce fait aucune signification physique.

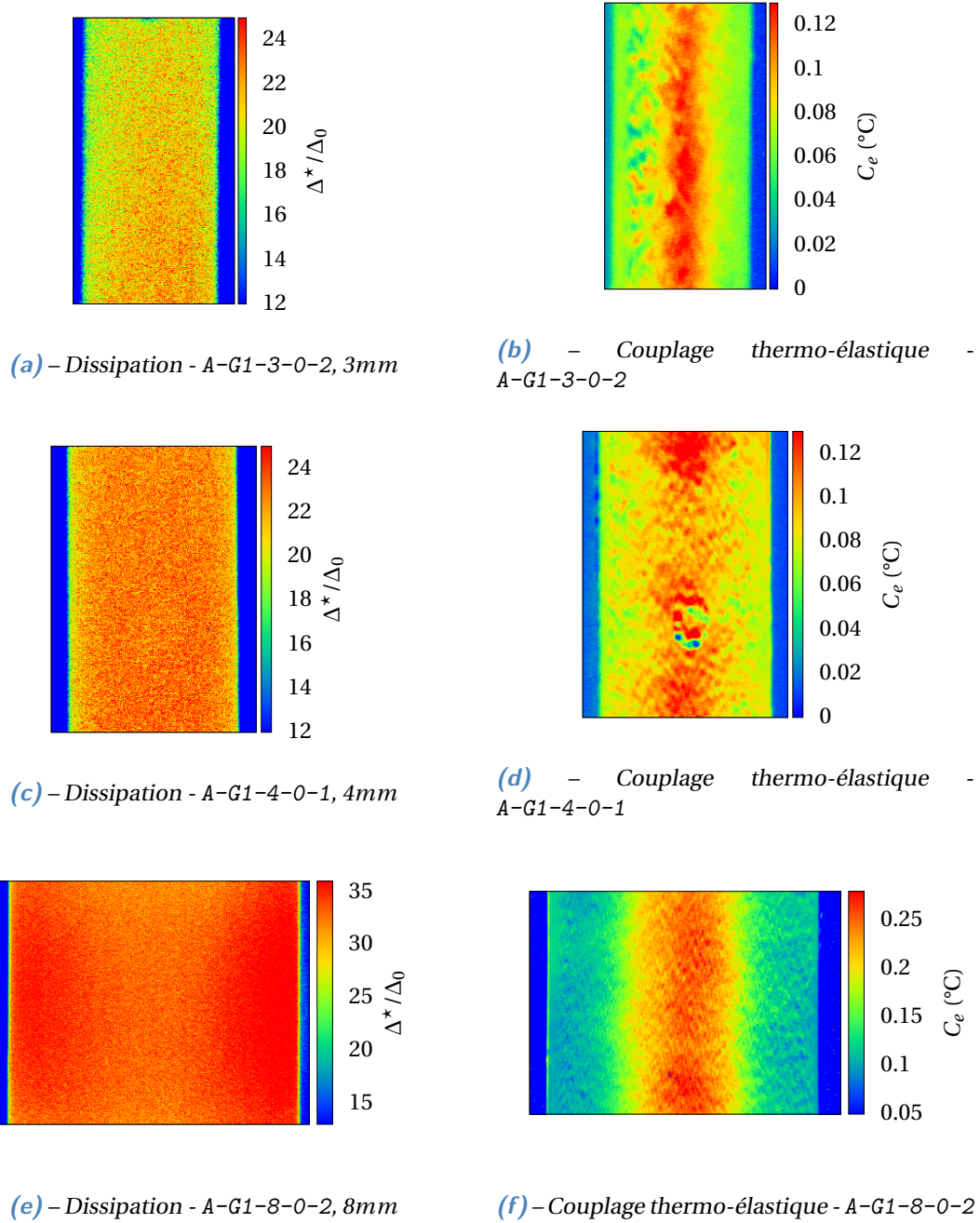
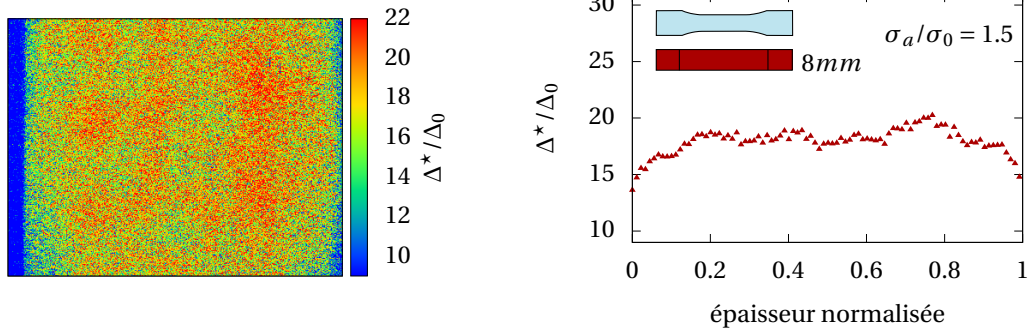


Figure 3.27 – Cartographies de dissipation et couplage thermoélastique obtenues sur la tranche de l'éprouvette pour les trois épaisseurs d'éprouvettes de l'étude.

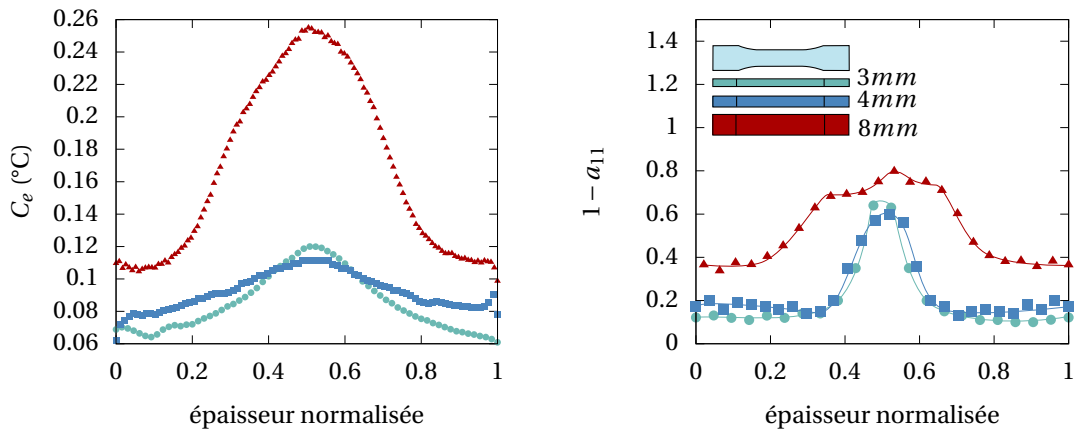


(a) – Cartographie de dissipation obtenue sur la tranche d'une éprouvette de type A-G1-8-0-2

(b) – Dissipation moyennée sur la hauteur de la zone utile en fonction de l'épaisseur normalisée de l'éprouvette

Figure 3.29 – Homogénéité de la dissipation sur l'épaisseur pour les éprouvettes de 8mm d'épaisseur à un niveau de contrainte éloignée de la contrainte à rupture

fort gradient cœur/peau et une largeur importante de l'ensemble zone de transitions/cœur pour cette dernière. Si nous observons en vis-à-vis la composante $1 - a_{11}$ du tenseur d'orientation de ces éprouvettes en fonction de l'épaisseur normalisée, nous retrouvons les mêmes tendances ce qui indique que la mesure du couplage thermo-élastique sur la tranche d'une éprouvette peut donner un ordre d'idée du gradient de la microstructure.



(a) – Couplages thermo-élastiques en fonction de l'épaisseur normalisée des éprouvettes

(b) – Microstructure en fonction de l'épaisseur normalisée des éprouvettes

Figure 3.30 – Évolution du couplage thermo-élastique moyenné selon la hauteur de la zone utile et de la microstructure en fonction de l'épaisseur normalisée de l'éprouvette pour les trois épaisseurs d'éprouvette étudiées.

3.4.5 Influence du matériau

Dans cette étude, comme présentés dans le chapitre 2, nous étudions quatre matériaux à base de PEEK, ou dérivé, renforcés à 30% ou 40% en masse de fibres de carbone courtes. Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la nuance du matériau sur les sources dissipatives.

Dans un premier temps, nous comparons les courbes d'auto-échauffement obtenues sur la face et sur la tranche des éprouvettes pour chacun des quatre matériaux, figures 3.31a, b, c et d. Comme nous pouvons le voir, pour les matériaux *A*, référence de l'étude, *B*, matériau similaire, mais d'un autre fournisseur, *C*, variante du grade de la matrice, et *D*, renforcé à 40% en masse de fibres de carbone, les courbes d'auto-échauffement sont identiques sur la face et la tranche.

La figure 3.31e présente une comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur la face des éprouvettes pour les quatre matériaux de l'étude. Nous retrouvons que les matériaux *A* et *B* sont très proches d'un point de vue caractéristique physico-chimique en obtenant des courbes d'auto-échauffement similaires. Cependant, les courbes d'auto-échauffement des deux autres matériaux montrent des niveaux de dissipation bien plus importants pour un même niveau de chargement que les matériaux *A* et *B*. Nous verrons dans le chapitre 5 que cette comparaison des courbes d'auto-échauffement permet de faire une comparaison rapide des propriétés d'endurance mécanique des différents matériaux.

3.5 Bilan

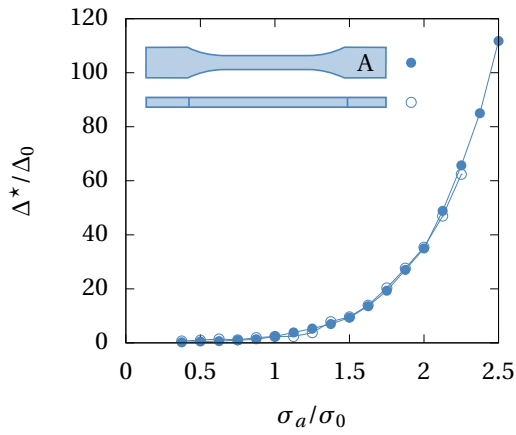
Afin de connaître les champs de dissipation, de couplage thermo-élastique et les courbes d'auto-échauffements des matériaux étudiés pour différentes configurations microstructurales, géométriques et de chargements, nous utilisons la méthode d'auto-échauffement. Cette méthode consiste à mesurer expérimentalement l'évolution du champ de température d'une éprouvette afin de remonter aux différentes sources dissipatives en utilisant l'équation de la chaleur.

L'estimation de l'évolution temporelle de la température est réalisée à partir d'une caméra infrarouge sensible au flux émis par la scène thermique. La conversion flux thermique/température est réalisée à partir d'une calibration pixel-à-pixel compensée développée au sein du laboratoire IRDL. Afin d'exploiter les résultats, différentes précautions expérimentales sont prises et les éprouvettes sont peintes avec un revêtement à haute émissivité nous assurant une bonne homogénéité spatiale.

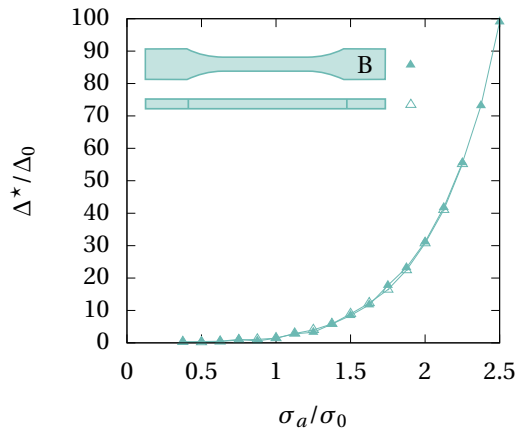
Dans cette étude, nous choisissons de résoudre l'équation de la chaleur en régime transitoire sous l'hypothèse principale que la durée de l'étude est suffisamment courte pour pouvoir considérer la transformation comme adiabatique et par conséquent négliger les échanges avec l'extérieur et notamment la conduction thermique au sein de l'éprouvette. Nous proposons également une procédure permettant de recalibrer les films infrarouges afin que l'évolution thermique temporelle d'un pixel puisse être assimilée à l'évolution thermique temporelle d'un point matériel. Nous pouvons ainsi obtenir des champs bidimensionnels de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et de couplage thermo-élastique. À partir de ces champs bidimensionnels de dissipation, nous déduisons des courbes d'auto-échauffement que nous relierons à la durée de vie en fatigue dans le chapitre 5 page 144.

Nous montrons ensuite que la procédure d'auto-échauffement mise en place est répétable et que le procédé de recalage des films infrarouges corrige une légère surestimation du couplage thermo-élastique.

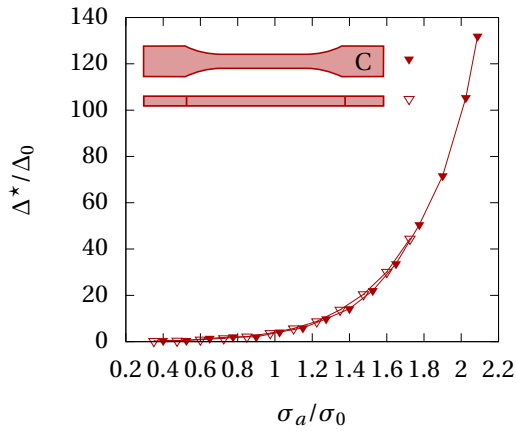
À partir des éprouvettes amincies prélevées à différentes orientations, nous montrons une influence forte de l'orientation moyenne sur l'obtention des courbes d'auto-échauffement et sur l'évolution du couplage thermo-élastique en fonction de l'amplitude de chargement.



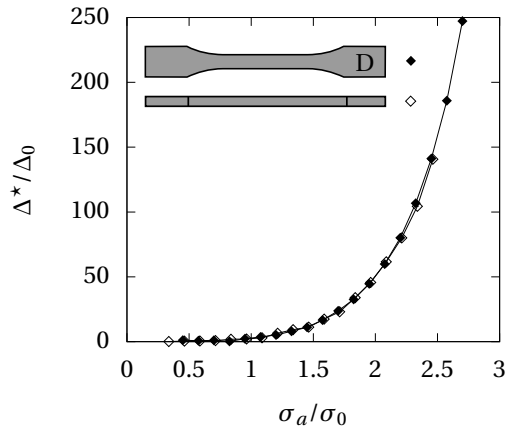
(a) – Comparaison face/tranche, matériau A



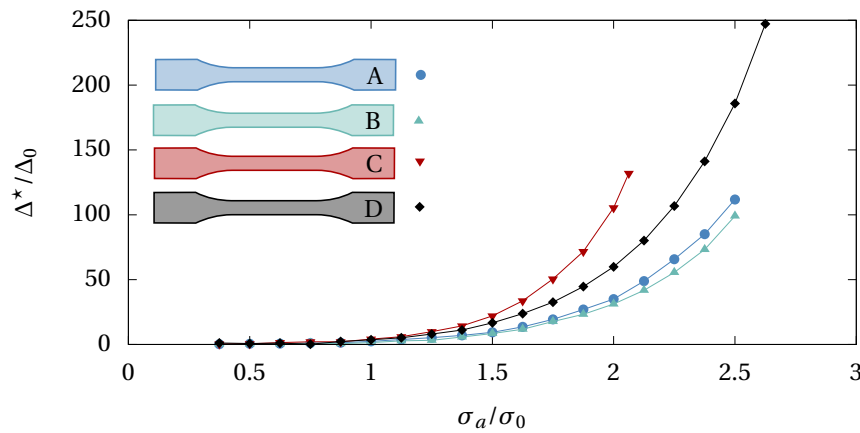
(b) – Comparaison face/tranche, matériau B



(c) – Comparaison face/tranche, matériau C



(d) – Comparaison face/tranche, matériau D



(e) – Comparaison des courbes d'auto-échauffement obtenues sur la face des éprouvettes des quatre matériaux

Figure 3.31 – Comparaison des sources dissipatives des différents matériaux

Nous montrons également que le changement d'épaisseur des éprouvettes, plus qu'un simple effet géométrique, possède un effet microstructural conduisant aux mêmes conclusions que précédemment. Notons cependant que les éprouvettes de 8 mm , possédant une zone de transition plus importante pour les paramètres d'injection utilisés, semble être soumises à des chargements complexes provoquant des phénomènes dissipatifs non visibles sur les deux autres épaisseurs d'éprouvettes. Nous mettons également en avant que l'observation du gradient de couplage thermo-élastique en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette suit l'évolution du gradient de microstructure obtenu à partir de la procédure présentée dans le chapitre 2 page 8.

Enfin, nous comparons les courbes d'auto-échauffement obtenues pour les quatre matériaux de l'étude. Nous montrons alors que les mesures sur la face et sur la tranche sont identiques. Nous mettons aussi en avant que les matériaux *A* et *B* sont similaires tandis que les matériaux *C* et *D* sont différents en observant les courbes d'auto-échauffements.

Modélisation du comportement cyclique

Sommaire

4.1	Bibliographie	87
4.1.1	Modélisation du comportement mécanique	87
4.1.1.1	Modélisation des matériaux polymères non renforcés	87
4.1.1.2	Modélisation des matériaux polymères renforcés	89
4.1.1.3	Discussion	90
4.1.2	Prise en compte de l'anisotropie	90
4.1.2.1	Approche micromécanique	90
4.1.3	Discussion	97
4.2	Génération d'une base de données	98
4.2.1	Outils expérimentaux	98
4.2.1.1	Machines d'essais	98
4.2.1.2	Systèmes d'acquisition	99
4.2.2	Base de données expérimentale	103
4.3	Analyse de la réponse mécanique	104
4.3.1	Essais de traction monotone	105
4.3.2	Essais de compression monotone	105
4.3.3	Fluage-Recouvrance-Cyclique (FRC)	106
4.3.4	Courbe anhystérétique (ANH)	109
4.3.5	Traction-Relaxation-Recouvrance (TRR)	110
4.3.6	Essais cycliques	111
4.3.7	Bilan	114
4.4	Modélisation 1D	116
4.4.1	Proposition d'un modèle	116
4.4.2	Identification du modèle proposé	122
4.4.2.1	Stratégie d'identification	122
4.4.2.2	Résultats d'identification	122

Modélisation du comportement cyclique

4.4.3	Validations et bilan	123
4.5	Modélisation 3D	127
4.5.1	Généralisation tridimensionnelle	127
4.5.2	Dépendance des paramètres à l'anisotropie	129
4.5.3	Prédiction de la dissipation	131
4.5.4	Identification tridimensionnelle anisotrope	132
4.6	Validations	133
4.6.1	Réponse mécanique	133
4.6.1.1	Éprouvettes complètes	134
4.6.1.2	Éprouvettes amincies percées	135
4.6.1.3	Bilan	135
4.6.2	Réponse dissipative	140
4.7	Bilan	140

Nous souhaitons présenter dans ce chapitre la modélisation du comportement cyclique du matériau A par une approche phénoménologique couplée à un schéma d'homogénéisation permettant de prendre en considération la distribution d'orientation des renforts.

Dans la première section, nous réalisons un état de l'art concernant les lois de comportement mécanique des matériaux polymères seuls et renforcés en se concentrant dans un premier temps sur la description phénoménologique de la réponse mécanique. Ensuite, nous présentons les méthodes d'homogénéisation en champs moyens permettant de prendre en compte les distributions d'orientation des fibres du matériau. Nous mettons ainsi en avant la complexité d'obtenir un modèle simple décrivant aussi bien les phases de charges et de décharges tout en considérant l'anisotropie des thermoplastiques renforcés en fibres courtes, qui constitue un facteur d'ordre 1 pour la prédiction de la réponse à une sollicitation mécanique macroscopique.

Nous présentons dans la deuxième section les machines d'essais et les systèmes d'acquisition utilisés pour la génération de la base expérimentale réalisée avec les éprouvettes présentées dans le chapitre 2.

La troisième section décrit l'analyse mécanique de chacun des essais de la base expérimentale et permet de mettre en évidence plusieurs caractéristiques physiques du comportement cyclique du matériau A. Ces analyses nous permettent de proposer dans la quatrième section une formulation uniaxiale de la loi de comportement sans considérer la microstructure dans un premier temps. Nous présentons ensuite une stratégie d'identification robuste permettant de déterminer les paramètres des équations régissant le comportement cyclique non linéaire.

Enfin, les deux dernières sections proposent la généralisation tridimensionnelle du modèle dans le cadre des matériaux standards généralisés et la stratégie de prise en compte de l'anisotropie du matériau à partir des tenseurs d'orientation d'ordre deux $\underline{\underline{a}}^\psi$. Nous finissons par l'identification du modèle tridimensionnel et par sa validation sur des champs de déplacements et de dissipation obtenus pour des éprouvettes percées.

4.1 Bibliographie

Dans cette section, nous réalisons un état de l'art des modèles permettant de simuler le comportement mécanique des thermoplastiques renforcés en fibres courtes.

Dans un premier temps, nous nous focalisons sur le comportement mécanique dans un cadre isotrope. L'idée est de comprendre et de représenter les mécanismes phénoménologiques présents avant de complexifier le problème en y ajoutant l'influence de la microstructure.

Ensuite, nous étudions les stratégies développées dans la littérature pour prendre en compte l'anisotropie au sein de ses modèles de comportement sans nécessairement réaliser une modélisation par transition d'échelle.

4.1.1 Modélisation du comportement mécanique

4.1.1.1 Modélisation des matériaux polymères non renforcés

Dans un premier temps, nous souhaitons présenter quelques propositions de la littérature traitant de polymères non renforcés. En effet, leur modélisation est généralement associée aux mécanismes physiques responsables de la réponse phénoménologique et donc, de certains traits de comportement des composites associés.

Nous pouvons distinguer deux types de modélisations principales : la description du comportement avec la distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline ou avec des mécanismes non dissociés par phase.

4.1.1.1.1 Distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline

Dans la majorité des cas présentés, les auteurs choisissent de mettre en parallèle un bloc décrivant le comportement de la phase amorphe, qui est généralement élastique viscoélastique linéaire ou non linéaire, et un bloc décrivant le comportement de la phase cristalline, qui lui est généralement viscoplastique endommageable [Dét08; Ayo10; Par09] (figure 4.1).

Ainsi, les modèles décrivent la réponse phénoménologique du matériau avec un fondement sur la compréhension physique des phénomènes mis en jeu. Cependant, ces modèles possèdent généralement un grand nombre de paramètres [Dét08; Ayo10] et ne modélisent qu'imparfaitement les situations de décharge mécanique [Dét08]. L'ajout de viscosité non linéaire ou encore une différenciation des lois d'écoulement en charge ou en décharge [Col05; Ayo10] amélioreraient ce dernier point.

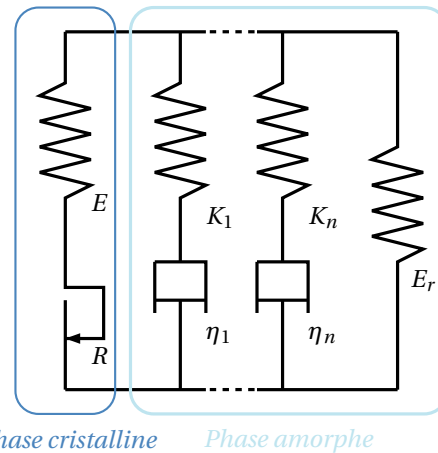


Figure 4.1 – Illustration du modèle proposé par DÉTREZ avec distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline [Dét08]

4.1.1.1.2 Mécanismes de déformation non associés à une phase

KICHENIN s'est intéressé dans ses travaux de thèse [Kic92] au comportement du polyéthylène à température ambiante pour des chargements statiques de faibles niveaux de contrainte et de déformation. Dans ce cadre d'étude, il n'est pas confronté aux phénomènes d'adoucissement et durcissement du matériau. À l'aide d'essais TRR, il met en évidence le caractère découplé des mécanismes visqueux et plastiques et propose un modèle dit « bi-couche », figure 4.2. Ajoutons également que pour décrire les phénomènes visqueux non linéaires, KICHENIN utilise une branche de type Maxwell avec inertie tandis que plusieurs auteurs [Lau11; Par09] préfèrent une loi de forme sinus hyperbolique se référant à une loi d'Arrhenius citée comme décrivant fidèlement les phénomènes de plasticité cristalline [Arg05].

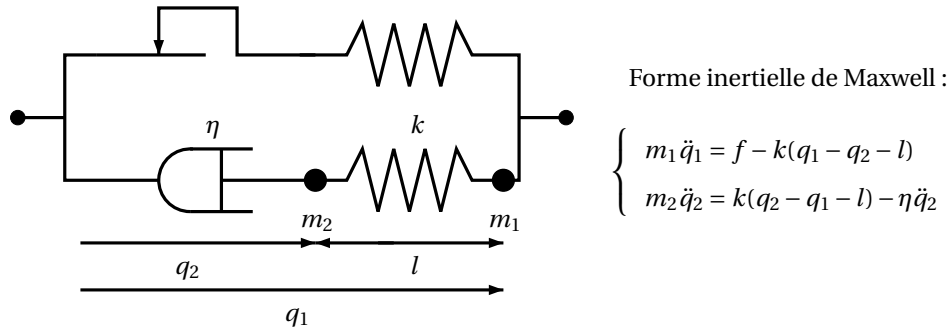


Figure 4.2 – Illustration du modèle proposé par KICHENIN dans [Kic92] sans distinction des mécanismes en fonction des phases amorphe ou cristalline

BOISOT propose une autre approche pour modéliser un polyamide 11 [Boi09]. Elle est basée sur une décomposition de la déformation en une composante élastique et une composante inélastique : $\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^{in}$. BOISOT précise qu'il choisit une limite d'élasticité suffisamment basse afin de ne pas avoir à représenter les phénomènes visqueux découplés de la plasticité (au contraire de KICHENIN). HAMOUDA et al. adaptent cette idée en ajoutant une deuxième composante inélastique dans [Ham07].

LAURIN, CARRÈRE et MAIRE modélisent le caractère visqueux non linéaire des matériaux polymères ou composites en posant l'hypothèse qu'il est constitué non pas d'un seul bloc visqueux, mais d'une multitude de blocs viscoélastiques linéaires ayant des temps caractéristiques répartis suivant un certain spectre [LCM07]. La plasticité est ainsi vue comme une déformation viscoélastique avec un temps caractéristique particulièrement grand par rapport à l'échelle de temps étudiée. La non-linéarité est introduite notamment au niveau de la définition du spectre des temps caractéristiques. Ce modèle est particulièrement intéressant pour décrire à la fois les temps caractéristiques courts et longs des réponses visqueuses des matériaux polymères.

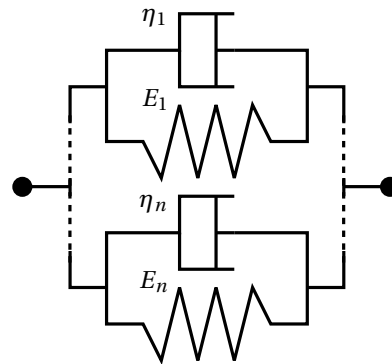


Figure 4.3 – Schéma rhéologique du modèle de LAURIN, CARRÈRE et MAIRE de type spectral

Plus récemment, ILIONI *et al.* [Ili17] incorporent le bloc viscoélastique spectral à leur modélisation du comportement d'un adhésif. Ils l'enrichissent en proposant une partition déviatorique et sphérique du comportement viscoélastique.

4.1.1.2 Modélisation des matériaux thermoplastiques renforcés en fibres courtes

Intéressons nous désormais aux modèles phénoménologiques du comportement des thermoplastiques renforcés en fibres courtes. De nombreux auteurs se sont intéressés à ces matériaux et la grande majorité ont eu recours à des techniques d'homogénéisation pour prendre en compte l'influence du renfort fibreux [Par09; And10; Lau11; Dra06; Bra10; Dog03; Mül16]. Cependant, nous retrouvons quelques approches phénoménologiques qui s'inspirent le plus souvent des modélisations des thermoplastiques non fibrés.

Parmi eux, RÉMOND [Rémo05] montre notamment l'incapacité des modélisations viscoélastiques usuelles (Maxwell, Zener, Zener-Weber) à décrire la réponse cyclique pour des histoires de chargement complexes sans prendre en compte des mécanismes spécifiques d'évolution de la microstructure notamment pour les phases de décharge.

Dans [chaboche1997], **chaboche1997** propose d'utiliser le modèle élasto viscoplastique unifié pour les composites à matrice polymère présenté dans [Lem09]. Ce modèle décrit les phénomènes visqueux avec une loi de Norton-Hoff et les phénomènes plastiques avec un écrouissage isotrope accompagné de multiples écrouissages cinématiques. **chaboche1997** préconise également d'utiliser une limite d'élasticité suffisamment basse pour décrire les phénomènes viscoélastiques.

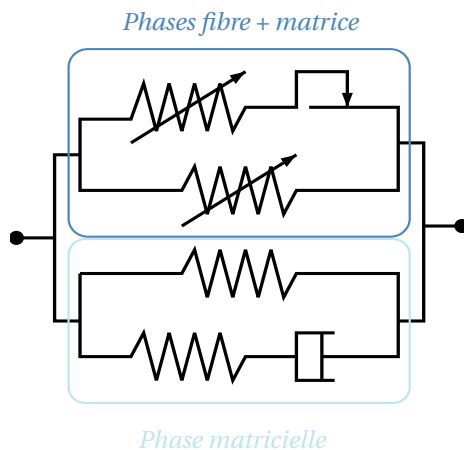


Figure 4.4 – Schéma rhéologique du modèle de ANDRIYANA

ANDRIYANA *et al.* ont proposé un modèle phénoménologique d'un thermoplastique renforcé en fibres de verre courtes à 30% en masse [And10]. Leur approche, formulée en grande déformation, suppose que le matériau comprend une phase matricielle viscoélastique et une phase fibrée à laquelle est lié un volume de matrice présentant un comportement élastoplastique anisotrope. Ce modèle ainsi basé sur la compréhension physique des mécanismes de déformation permet de simuler avec précision la réponse cyclique non linéaire de leur matériau.

Plus récemment encore, LAUNAY a travaillé sur un modèle permettant de décrire le comportement cyclique du PA66 en vue du développement d'un critère de fatigue pour application automobile [Lau11]. Le matériau ciblé, le PA66 chargé en fibres de verre courtes, semble posséder certains traits de caractère communs avec nos matériaux notamment concernant le comportement visqueux non recouvrable sur les plus hauts niveaux de chargement.

Le modèle proposé, figure 4.5, permet de décrire de façon satisfaisante la réponse mécanique pour des chargements complexes et/ou cycliques en modélisant des phénomènes élastique, viscoélastique (sur deux échelles de temps) et viscoplastique à écrouissage cinématique sur la base d'une loi d'Eyring. Cependant, la description de la décharge n'est pas entièrement satisfaisante pour les niveaux de chargements élevés.

Plus récemment, LOPEZ *et al.* ont utilisé le modèle de comportement proposé par LAUNAY pour modéliser le comportement d'un autre thermoplastique renforcé en fibres de verre discontinues. Le

modèle se révèle alors efficace à la fois sur les phases de charges et celles de décharges pour des essais de charge-décharge interrompus par des relaxations à différents niveaux de déformation [Lop17].

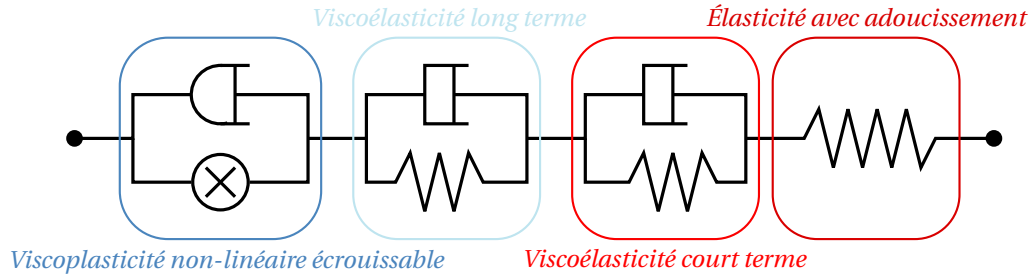


Figure 4.5 – Illustration du modèle proposé par LAUNAY dans [Lau11]

4.1.1.3 Discussion

Nous avons passé en revue quelques approches phénoménologiques existantes pour décrire le comportement des thermoplastiques fibrés ou plus généralement des polymères. Bien qu'une approche micromécanique puisse être envisagée, le cas des comportements non linéaires est plus délicat à traiter et surtout lourd en temps calcul, donc peu compatible avec une application en bureau d'étude industriel. Nous préférons donc explorer dans ces travaux l'approche phénoménologique développée pour des matériaux ayant un comportement de prime abord similaire au nôtre.

4.1.2 Prise en compte de l'anisotropie

La principale difficulté des approches phénoménologiques pour notre type de matériau est la prise en compte des informations de la microstructure et notamment de la distribution d'orientation des fibres. Comme nous venons de le voir, une approche de modélisation par transition d'échelle pour un modèle non linéaire serait coûteuse en nombre de paramètres et en temps de calcul. Dans la volonté de développer un outil industriel, nous voulons donc décrire le comportement mécanique à l'aide d'une loi de comportement phénoménologique.

Notre matériau est un composite biphase et il est nécessaire de prendre en considération la distribution d'orientation locale à l'aide des outils présentés section 2.1.2.2.1 page 21. Pour cela, certains auteurs comme LAUNAY [Lau11] proposent d'utiliser une approche micromécanique pour déterminer le tenseur de rigidité élastique en fonction de l'anisotropie locale. Dans ce paragraphe, nous présentons les différentes approches possibles.

4.1.2.1 Approche micromécanique

Le matériau de l'étude est composé de deux phases. Une phase matricielle au comportement fortement non linéaire et une phase de renfort constituée de fibres courtes de carbone dont le comportement peut être considéré comme parfaitement élastique. L'approche micromécanique consiste en différents outils mathématiques et méthodes permettant de construire la réponse mécanique du matériau composite à un chargement macroscopique extérieur, à partir de la connaissance de la microstructure et des paramètres constitutifs de chaque phase. Il existe deux types d'approches d'homogénéisation : en champs complets et en champs moyens. La première permet d'obtenir l'état mécanique

local de chaque phase du matériau ainsi que des interfaces. Cette approche est très coûteuse numériquement et plus difficilement applicable dans le cadre industriel qu'une approche en champs moyens permettant d'obtenir les chargements et réponses mécaniques moyennes de chaque phase. De ce fait, nous nous focalisons dans cette étude uniquement sur les méthodes d'homogénéisation en champs moyens [Bor01].

Toutes ces méthodes reposent sur la notion de *Volume Élémentaire Représentatif* (VER) défini à une échelle de la matière dite mésoscopique, petite devant l'échelle macroscopique, mais suffisamment grande devant l'hétérogénéité du matériau pour pouvoir considérer la réponse mécanique moyenne à cette échelle comme représentative de la réponse du matériau homogénéisé. Il est alors défini un milieu fictif, dit *homogène équivalent* (MHE), de même géométrie que le VER hétérogène et de même réponse mécanique globale.

4.1.2.1.1 Problème d'homogénéisation dans le cadre élastique

Le concept d'homogénéisation fait apparaître de manière duale la localisation des contraintes et déformations. Ainsi, connaissant la déformation macroscopique imposée $\underline{\underline{\bar{\epsilon}}}$ à un VER, nous pouvons définir les déformations dans chaque phase :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^p = \frac{1}{V_p} \int_p \underline{\underline{\epsilon}}(\underline{x}) d\underline{x} = \underline{\underline{A}}^p : \underline{\underline{\bar{\epsilon}}} \quad (4.1)$$

avec p représentant la phase (matrice ou fibre), V_p le volume occupé par la phase p et $\underline{x}$ un vecteur donné. Le problème étant linéaire, nous pouvons déduire le tenseur de localisation $\underline{\underline{A}}^p$ pour chaque phase p . Nous pouvons alors définir la contrainte macroscopique $\underline{\underline{\bar{\sigma}}}$ tel que :

$$\underline{\underline{\bar{\sigma}}} = \underline{\underline{C}}^{\text{eff}} : \underline{\underline{\bar{\epsilon}}} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{C}}^{\text{eff}} = \sum_p f_p \underline{\underline{C}}^p : \underline{\underline{A}}^p \quad (4.2)$$

avec $\underline{\underline{C}}^{\text{eff}}$ le tenseur de rigidité homogénéisé, $\underline{\underline{C}}^p$ le tenseur de rigidité par phase, f_p la fraction volumique par phase. Ainsi, la résolution du problème d'homogénéisation consiste à déterminer les tenseurs de localisation. En considérant un chargement à contrainte imposée, il s'agit alors de tenseurs de concentration de contrainte [Dra06; Bor01].

Problèmes d'Eshelby et modèle haute-dilution

Considérons une inclusion I de forme ellipsoïdale noyée dans une matrice élastique infinie et homogène Ω dont le module élastique est égal à celui de l'inclusion, figure 4.6a. L'inclusion possède une déformation imposée libre uniforme $\underline{\underline{\epsilon}}_I$ (dilatation thermique par exemple). ESHELBY a alors montré que la solution du champ de déformation de l'inclusion $\underline{\underline{\epsilon}}_I$ est aussi homogène et linéairement liée à $\underline{\underline{\epsilon}}_I$ par le tenseur d'Eshelby $\underline{\underline{S}}^e$ dépendant du module du milieu Ω de la forme et de l'orientation de l'inclusion [Esh57] :

$$\underline{\underline{\epsilon}}_I = \underline{\underline{S}}^e : \underline{\underline{\epsilon}}_I \quad (4.3)$$

Considérons maintenant le cas où le module élastique de l'inclusion $\underline{\underline{C}}_I$ est différent de celui de la matrice homogène $\underline{\underline{C}}_\Omega$, figure 4.6b. Le milieu Ω est soumis à une déformation uniforme $\underline{\underline{\bar{\epsilon}}}$ à l'infini. Dans ce cas, la déformation de l'inclusion dépend linéairement de la déformation imposée $\underline{\underline{\bar{\epsilon}}}$ [Esh61] :

$$\underline{\underline{\epsilon}}_I = \underline{\underline{A}}_I : \underline{\underline{\bar{\epsilon}}} \quad (4.4)$$

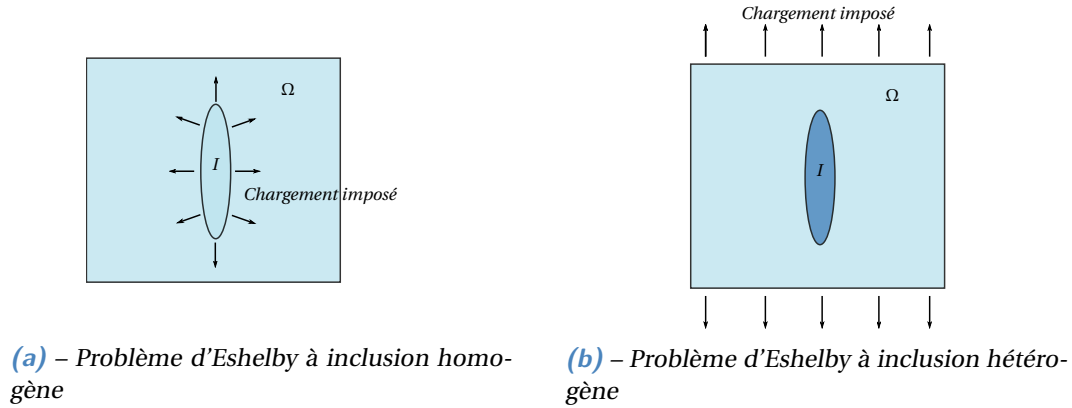


Figure 4.6 – Illustration des problèmes d'Eshelby à inclusion homogène et hétérogène

avec $\mathbf{A}_I$ le tenseur de localisation tel que :

$$\mathbf{A}_I = [\mathbf{I} + \mathbf{H} : (\mathbf{C}_I - \mathbf{C}_\Omega)]^{-1} \quad (4.5)$$

avec $\mathbf{H}$ le tenseur de Hill, décrivant la réaction de la matrice sur la fibre et définit par $\mathbf{H} = \mathbf{C}_\Omega : (\mathbf{S}^e - \mathbf{I})$.

Dans le cas d'un composite comportant une faible fraction volumique de fibres et en considérant qu'elles sont toutes isolées et éloignées les unes des autres avec des propriétés géométriques identiques, ce résultat peut être utilisé pour construire la loi de comportement homogénéisée reliant les contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ et déformations $\underline{\underline{\epsilon}}$ macroscopiques tel que :

$$\underline{\underline{\sigma}} = [\mathbf{C}_\Omega + f_I (\mathbf{C}_I - \mathbf{C}_\Omega) : \mathbf{A}_I] : \underline{\underline{\epsilon}} \quad (4.6)$$

avec f_I la fraction volumique de fibres ne devant pas théoriquement excéder quelques pour cent [Bor01]. Ce modèle est communément appelé *haute dilution* et nous notons son tenseur d'élasticité homogénéisé : $\mathbf{C}_{HD}^{eff} = \mathbf{C}_\Omega + f_I (\mathbf{C}_I - \mathbf{C}_\Omega) : \mathbf{A}_I$.

Interactions entre les inclusions : modèle de Mori et Tanaka, de Ponte Castañeda et Willis et autocohérent

Si nous considérons maintenant une fraction volumique de *motif morphologique représentatif*¹ f_I plus élevée, des interactions entre les inclusions seront présentes, les soumettant à un champ effectif moyen résultant du chargement macroscopique et de ces effets d'interaction.

MORI et TANAKA proposent une approche simple basée sur la considération d'une fraction volumique F_I d'inclusions de même forme sphéroïdale et de même orientation dans une matrice infinie. Cette fraction volumique d'inclusions F_I peut éventuellement être décomposée en sous-famille d'inclusions de fraction volumique f_I^j de rigidité $\mathbf{C}_I^j$ tel que $F_I = \sum_j f_I^j$ avec j un entier dénombrant la quantité de sous-familles d'inclusions. Le principe d'homogénéisation de Mori-Tanaka repose sur la détermination d'une inclusion ellipsoïdale unique équivalente noyée dans la matrice supposée infinie pour chaque famille d'inclusions. Nous supposons alors que cette inclusion est soumise au champ de déformation homogène moyen dans la matrice [Mor73].

1. Inclusions de mêmes forme, orientation et géométrie

En notant $\mathbf{C}_{\text{MT}}^{\text{eff}}$ le tenseur effectif de Mori-Tanaka et en considérant une famille unique d'inclusions, il est possible d'écrire la formulation suivante :

$$\mathbf{C}_{\text{MT}}^{\text{eff}} = \mathbf{C}_\Omega - \frac{[(\mathbf{C}_\Omega - \mathbf{C}_I)^{-1} - (1 - F_I)\mathbf{S}^e : \mathbf{C}_\Omega^{-1}]^{-1}}{F_I} \quad (4.7)$$

ou sous une autre forme :

$$(\mathbf{C}_{\text{MT}}^{\text{eff}} + \mathbf{H})^{-1} = \langle (\mathbf{C}_I + \mathbf{H})^{-1} \rangle \quad (4.8)$$

avec i représentant chacune des phases et $\langle \cdot \rangle$ l'opérateur moyenne.

La généralisation de la méthode de Mori-Tanaka pour des inclusions de formes diverses fait apparaître la nécessité de préciser la distribution spatiale des inclusions. CASTAÑEDA propose une approche pour prendre en compte cette nécessité. Nous la noterons PWC. Par rapport au modèle de Mori-Tanaka, celui-ci permet de considérer des facteurs de forme et des distributions d'orientation d'inclusions de modules différents, en faisant intervenir la répartition spatiale explicitement. Dans la situation d'une distribution isotrope du centre des inclusions [Cas95], le module effectif $\mathbf{C}_{\text{PCW}}^{\text{eff}}$ est écrit sous la forme suivante :

$$\mathbf{C}_{\text{PCW}}^{\text{eff}} = \mathbf{C}_\Omega + \left[\left(f_I (\mathbf{C}_I - \mathbf{C}_\Omega) : (\mathbf{H} + \mathbf{C}_I)^{-1} : \mathbf{C}_\Omega : \mathbf{S}^{e-1} \right)^{-1} - \mathbf{S}_d^{e-1} \right]^{-1} \quad (4.9)$$

avec $\mathbf{S}_d^e$ le tenseur d'Eshelby associé à une particule sphérique.

Pour des particules sphériques et distribuées de façon isotrope, BENVENISTE propose une interprétation physique selon laquelle chaque inclusion se comporte comme si elle était isolée dans une matrice infinie subissant à l'infini la déformation effective moyenne de la matrice et non le chargement macroscopique comme proposé dans le modèle Haute Dissolution [Ben87]. Pour les composites renforcés en fibres courtes, de nombreux auteurs s'inspirent des travaux de BENVENISTE et proposent l'utilisation du modèle de Mori-Tanaka en remplaçant l'utilisation du tenseur d'Eshelby pour des inclusions sphériques avec un tenseur d'Eshelby calculé pour des inclusions ellipsoïdales [Che96; Dra06; Pie06a; Tan84; Lau11]. Dans ce cas, l'approche PWD n'est plus utilisable.

La troisième méthode principale d'homogénéisation est celle nommée *autocoherente*. Cette approche, initialement introduite par HILL pour les polycristaux, consiste à considérer chaque phase du matériau comme une inclusion ellipsoïdale en interaction avec une matrice fictive, homogène et infinie possédant le comportement du milieu homogénéisé recherché caractérisé par $\mathbf{C}^{\text{eff}}$. La détermination de $\mathbf{C}_{\text{AC}}^{\text{eff}}$ s'effectue donc par itération. Bien qu'elle soit plus adaptée à la description des agrégats, certains auteurs ont appliqué cette homogénéisation à des matériaux composites renforcés en fibres courtes [Mül16; Cho80].

Distribution d'orientation

Les méthodes d'homogénéisation élastiques présentées dans la section précédente s'appliquent à des familles d'inclusions de même forme et même orientation. Cependant, dans le chapitre 2, nous avons mis en évidence que le procédé de mise en forme de matériau thermoplastique renforcé en fibres courtes implique l'obtention d'une distribution d'orientation. Deux approches se démarquent dans la littérature.

La première approche est basée sur le fait que nous pouvons utiliser les méthodes d'homogénéisation proposées par Mori-Tanaka ou PCW en considérant n phases d'inclusions d'orientation identique dans chaque phase et une phase matrice. Cependant, dans les deux cas, avec un grand nombre de familles d'inclusions, nous finirons par perdre la symétrie du tenseur des rigidités effectif $\mathbf{C}^{\text{eff}}$ [Fer91; Sch01].

D'abord proposée par ADVANI puis formalisée par CAMACHO [Adv87; Cam90], la deuxième approche consiste à appliquer une procédure d'homogénéisation en deux étapes : 1) à partir du composite anisotrope, plusieurs phases unidirectionnelles sont extraites et leurs propriétés de raideurs calculées à partir d'un des schémas d'homogénéisation présentés précédemment. Généralement, les auteurs choisissent l'emploi de la procédure de Mori-Tanaka. 2) Les propriétés macroscopiques sont ensuite pondérées par la distribution d'orientation [Dog05; Dra06; Lau11; Mle99a; Car17; Lil98; Oua07], figure 4.7. Bien qu'il soit possible de calculer le tenseur des souplesses moyen $\mathbf{S}^{\text{eff}}$ (borne de Reuss) ou le tenseur de localisations effectif, certains auteurs comme LAUNAY ont mis en évidence que le calcul du tenseur des raideurs effectif $\mathbf{C}^{\text{eff}}$ en moyennant les tenseurs unidirectionnels $\mathbf{C}^{\text{UD}}$ pondérés par la distribution d'orientation (borne de Voigt) donne de meilleures prédictions [Lau11]. Ainsi, nous avons :

$$\mathbf{C}^{\text{eff}} = \int_V \mathbf{C}^{\text{UD}}(\theta, \phi) \psi(\theta, \phi) d\nu \quad (4.10)$$

avec V le volume macroscopique considéré; θ , ϕ et ψ respectivement les deux angles décrivant l'orientation et ψ la densité de probabilité d'orientation d'une fibre (voir section 2.1.2.2.1 page 21); $\mathbf{C}^{\text{UD}}$ le tenseur de raideur effectif de chaque sous-composite unidirectionnel calculé durant la première étape.

Cependant, dans la section 2.1.2.2.1, nous avons montré que, d'un point de vue industriel, nous n'avons pas accès à la fonction de distribution d'orientation $(\theta, \phi) \rightarrow \psi(\theta, \phi)$, mais à ses moments statistiques pairs d'ordre deux et quatre respectivement notés $\underline{\underline{a}}^\psi$ et $\mathbf{A}^\psi$, sachant que le moment d'ordre quatre est obtenu par extrapolation du moment d'ordre deux par l'intermédiaire des équations de fermeture.

Rappelons que, pour réaliser une moyenne tensorielle, il est suffisant et nécessaire de connaître les tenseurs d'ordre n et inférieurs, les travaux de TANDON et ADVANI montrent que nous pouvons approximer l'équation 4.10 par la suivante [Tan84; Adv87] :

$$\mathbf{C}^{\text{eff}} = K_1 \mathbf{A}^\psi + K_2 \left(\underline{\underline{a}}^\psi \otimes \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{I}} \otimes \underline{\underline{a}}^\psi \right) + K_3 \mathbf{D} \left(\underline{\underline{a}}^\psi, \underline{\underline{I}} \right) + K_4 \mathbf{K} + 2K_5 \mathbf{I} \quad (4.11)$$

avec,

$$\begin{aligned} K_1 &= C_{1111}^{\text{UD}} - 2C_{1122}^{\text{UD}} + C_{2233}^{\text{UD}} - 4C_{1212}^{\text{UD}} + 2C_{2323}^{\text{UD}} \\ K_2 &= C_{1122}^{\text{UD}} - C_{2233}^{\text{UD}} \\ K_3 &= C_{1212}^{\text{UD}} - C_{2323}^{\text{UD}} \\ K_4 &= C_{2233}^{\text{UD}} \\ K_5 &= C_{2323}^{\text{UD}} \end{aligned} \quad (4.12)$$

Cette formulation 4.11 est employée par plusieurs auteurs pour décrire l'anisotropie de la partie élastique pour la modélisation du comportement des composites renforcés en fibres courtes [Dra06; Lil98; Mle99a; Lau11; Lau+13; RDG08].

4.1.2.1.2 Problème d'homogénéisation dans le cadre de la viscoélasticité linéaire

Certains auteurs souhaitent rendre leur modélisation de la ou des viscoélasticité(s) linéaire(s) dépendante de l'anisotropie [Lév04; Pie06a]. Dans ce cas, il est possible d'exprimer la loi viscoélastique linéaire sous la forme :

$$\underline{\underline{\sigma}}(t) = \mathbf{G}(t) : \underline{\underline{\epsilon}}(t=0) + \int_0^t \mathbf{G}(t-\tau) : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}(\tau) d\tau \quad (4.13)$$

avec t représentant la variable temporelle et τ une variable scalaire homogène à un temps.

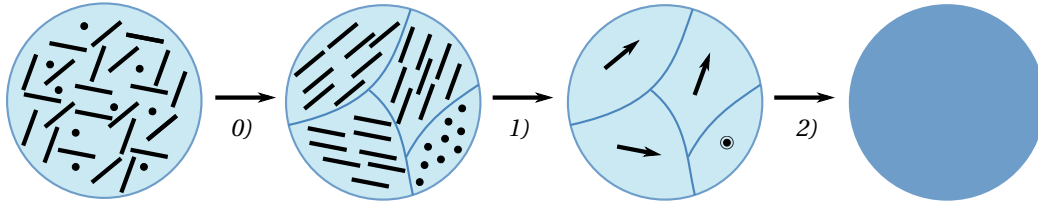


Figure 4.7 – Illustration de l'homogénéisation en deux étapes : 0) décomposition en composites UD, 1) évaluation des propriétés de chaque composite UD avec la méthode de Mori-Tanaka, 2) calcul des propriétés macroscopiques en moyennant les raideurs des composites UD pondérés par la distribution d'orientation. Inspirée de DOGHRI, [Dog05]

En se plaçant dans le domaine de Laplace-Carson défini par :

$$\begin{aligned}\mathcal{F} : f &\rightarrow \mathcal{F}(f) = f^* \\ f^* : p &\rightarrow f^*(p) = p \int_{-\infty}^{+\infty} f(t) e^{-pt} dt\end{aligned}\tag{4.14}$$

nous pouvons alors exprimer l'équation dans le domaine temporel 4.13 sous la forme :

$$\underline{\underline{\sigma}}^*(p) = \mathbf{G}^*(p) : \underline{\underline{\epsilon}}^*(p)\tag{4.15}$$

Nous reconnaissons alors la forme d'équation traitée dans le cas de l'élasticité et les outils présentés précédemment peuvent s'appliquer dans le domaine de Laplace-Carson. Le retour dans l'espace temporel se fait par transformée inverse de Laplace et nous obtenons alors l'homogénéisation des paramètres viscoélastiques linéaires qui dépendent de la distribution d'orientation des inclusions du matériau.

Cependant, notons que certains auteurs comme LAUNAY conservent des blocs viscoélastiques isotropes en montrant que les paramètres visqueux ne sont pas dépendant de la distribution d'orientation au premier ordre [Lau11].

4.1.2.1.3 Extensions aux comportements non linéaires

L'homogénéisation des comportements non linéaires fait l'objet de nombreux travaux actuels. Nous présentons ici seulement quelques principes, ce domaine étant vaste et les approches complexes. L'idée à la base des méthodes d'homogénéisation est de se ramener à une formulation équivalente au cas de l'élasticité linéaire afin de pouvoir utiliser les outils précédemment décrits.

Une famille de méthodes repose sur la méthode *Transformation Field Analysis* formalisée par DVORAK [Dvo92]. L'idée est de supposer les déformations non linéaires uniformes par phase. Nous pouvons ainsi définir une déformation libre au sens du problème d'Eshelby et donc utiliser les outils précédemment présentés. Les déformations non linéaires évoluent ensuite de façon incrémentale en fonction des modèles de comportement de chaque phase. L'inconvénient principal de cette méthode est d'induire une forte surestimation de la raideur du matériau homogène. Les méthodes contournant ce problème par extension de cette méthode sont souvent numériquement lourdes et ne conviennent pas à l'analyse de structures de champs microstructuraux [Mic03].

La méthode tangente incrémentale consiste à homogénéiser les opérateurs tangents linéaires phase par phase à chaque incrément de calcul en utilisant les méthodes d'homogénéisation classiques. Pour

cela, elle se base sur la relation entre les taux de déformation et de contrainte, définis phase par phase de la façon suivante [Hil65a; Dog03; Mas99; Oua07] :

$$\underline{\dot{\underline{\sigma}}} = \mathbf{C}^{\text{tg}}(\underline{\underline{\epsilon}}) : \underline{\dot{\underline{\epsilon}}} \quad (4.16)$$

La méthode sécante repose sur le même principe. Un opérateur linéaire sécant relie la contrainte et la déformation dans chaque phase à chaque instant t . Les procédures d'homogénéisation sont alors appliquées à cet opérateur sécant [Li97; Li98; Bra10; Cas06].

Aussi, comme dans le cas de la viscoélasticité linéaire présentée dans le paragraphe 4.1.2.1.2, certains auteurs comme PIERARD et DOGHRI proposent de se placer dans le domaine de Laplace-Carson afin de se ramener à des cas linéaires exploitables dans cet espace avec les outils d'homogénéisation linéaires classiques [Lév04; Pie06a; Pie07].

4.1.2.1.4 Problème d'homogénéisation dans le cadre plastique

La distribution d'orientation des fibres influe également sur les caractéristiques viscoplastiques et/ou plastiques [Lau11; Hil48; Bar05; Del96]. Nous allons traiter succinctement les principales approches employées dans la littérature.

Dans la littérature, plusieurs approches d'intégration de l'anisotropie de la partie plastique et/ou viscoplastique sont présentées et s'inspirent généralement des travaux de HILL [Hil48]. Ces travaux proposent de remplacer la contrainte équivalente de Von Mises par une contrainte sous la forme (en utilisant la notation de Voigt) :

$$\sigma_{\text{eq}} = \sqrt{\underline{\underline{\sigma}}_{\text{p}} : \mathbf{H} : \underline{\underline{\sigma}}_{\text{p}}} \quad \text{avec} \quad \mathbf{H} = \begin{pmatrix} (F+H) & -F & -H & 0 & 0 & 0 \\ -F & (G+H) & -G & 0 & 0 & 0 \\ -H & -G & (H+G) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2M & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2N \end{pmatrix} \quad (4.17)$$

avec F, G, H, L, M et N des coefficients scalaires d'anisotropie. Dans le cas déviatorique, cette relation devient $\sigma_{\text{eq}} = \sqrt{\text{dev}(\underline{\underline{\sigma}}_{\text{p}}) : \mathbf{H} : \text{dev}(\underline{\underline{\sigma}}_{\text{p}})}$ avec :

$$\mathbf{H} = \begin{pmatrix} 2F - G + 2H & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 2F + 2G - H & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -F + 2G + 2H & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2M & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2N \end{pmatrix} \quad (4.18)$$

L'utilisation au sein d'une norme impose que le tenseur d'ordre quatre $\mathbf{H}$ soit défini positif et symétrique. Cette approche est utilisée et généralisée par différents auteurs [Tar12; Bar05; Oll03; Lop09;

Kail1; Lau11]. LAUNAY propose la forme suivante de tenseur $\mathbf{H}^{\text{Lau}}$ pour décrire le comportement viscoplastique d'un polyamide 66 chargé en fibre de verre :

$$\mathbf{H}^{\text{Lau}} = \begin{pmatrix} (1-a_1)^k & \bar{H}_{1122} & \bar{H}_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{H}_{1122} & (1-a_2)^k & \bar{H}_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{H}_{1133} & \bar{H}_{2233} & (1-a_3)^k & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \left(\frac{2}{3}\right)^{k-1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \left(\frac{2}{3}\right)^{k-1} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \left(\frac{2}{3}\right)^{k-1} \end{pmatrix} \quad (4.19)$$

avec $\bar{H}_{1122} = 1/2((1-a_3)^k - (1-a_2)^k - (1-a_1)^k)$, et de même pour $\bar{H}_{1133}$ et $\bar{H}_{2233}$ par permutation circulaire. Les a_i , $\forall i \in [1,3]$ représentent les valeurs propres du tenseur d'orientation d'ordre deux $\underline{\underline{a}}^\psi$ présenté section 2.1.2.2.1 page 21. Le tenseur $\mathbf{H}^{\text{Lau}}$ respecte la symétrie, est défini positif et est équivalent à la norme de Von Misès dans le cas d'une distribution isotrope. Cette formulation conduit à une contrainte équivalente plus élevée dans le cas où les fibres sont majoritairement transverses à la direction de sollicitation, conformément aux observations expérimentales. Le paramètre k est un coefficient matériel réel compris entre 0 et 1. Il permet de décrire la sensibilité de la réponse plastique à la microstructure [Lau11].

Certains auteurs proposent d'étendre ce type de formulation à des critères non déviatoriques avec une dépendance à la pression hydrostatique [Tsa71].

Pour considérer l'anisotropie d'un écrouissage cinématique, certains auteurs comme DELOBELLE proposent de remplacer les scalaires C et γ de la loi d'Armstrong-Frederick par des opérateurs tensoriels d'ordre quatre [Del96]. Cela permet d'obtenir une description fine du comportement non linéaire anisotrope de l'écrouissage, mais présente l'inconvénient d'avoir un grand nombre de paramètres matériaux à identifier sur des essais complexes. LAUNAY propose une autre stratégie en modifiant la formulation de l'équation d'évolution de la variable d'écrouissage $\underline{\underline{\alpha}}$:

$$\dot{\underline{\underline{\alpha}}} = -\dot{\rho} \left(\frac{\mathbf{H} : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}{\sqrt{(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) : \mathbf{H} : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}} + \frac{2}{3} \gamma \mathbf{H} : \underline{\underline{\alpha}} \right) \quad (4.20)$$

Cette formulation permet de conserver les paramètres identifiés avec les essais unidirectionnels tout en prenant en compte la dépendance de la contrainte asymptotique par rapport à la distribution d'orientation pour une vitesse de sollicitation donnée [Lau11].

4.1.3 Discussion

Dans cet état de l'art, nous avons rappelé différentes approches phénoménologiques et micromécaniques permettant de modéliser le comportement mécanique des thermoplastiques renforcés en fibres courtes. Nous présentons dans la suite une analyse critique de chacune des méthodes dans le cadre de notre application industrielle de calculs de structure.

L'approche phénoménologique possède l'avantage d'être relativement facile à intégrer dans les codes de calcul par éléments finis. De nombreux auteurs proposent des modèles de comportement de matrices thermoplastiques semi-cristallines respectant le cadre des matériaux standard généralisés et donc respectant les principes généraux de la thermodynamique. Dans certains cas, ces modèles

peuvent être étendus aux composites à matrice thermoplastique [Lau11 ; Dro03 ; Dro05 ; Dro13]. Le matériau composite est alors considéré comme homogène en dépit des fortes hétérogénéités de propriétés mécaniques entre les phases. La principale difficulté de ces approches réside alors dans la prise-en-compte de l'anisotropie du matériau.

L'approche micromécanique propose un modèle entièrement multi échelle où le comportement macroscopique du composite est déterminé à partir de l'homogénéisation de la réponse mécanique de chacune des phases. Ces modélisations permettent l'accès aux grandeurs moyennes voire même au moment d'ordre deux par phase des grandeurs mécaniques locales, chaque phase étant considérée comme isotrope. Le lien fort entre la microstructure et la réponse mécanique de ces modèles permet d'intégrer nativement l'influence de la distribution d'orientation et les schémas d'homogénéisation de plus en plus sophistiqués permettent désormais l'emploi de lois de comportement non linéaires et de décrire certaines interactions fibres/matrice. Notons cependant que pour la majorité des matériaux, le comportement de la matrice est différent lors de l'ajout d'inclusions (modification de la morphologie cristalline par exemple). Cela implique généralement de devoir réaliser une identification inverse des paramètres matériaux. Il en est de même pour les propriétés des interfaces entre les différentes phases. Ajoutons enfin que le principal inconvénient de ces modélisations réside dans leur complexité et dans le coût numérique associé au grand nombre de paramètres matériaux à identifier. Ainsi, cette forme de modélisation est difficilement utilisable d'un point de vue industriel.

Ces deux approches peuvent cependant être complémentaires comme proposé par LAUNAY. Dans ses travaux, il construit une loi de comportement phénoménologique décrivant la réponse cyclique d'un matériau polyamide 66 chargé en fibres de verre courtes [Lau11]. Cette modélisation permet ainsi l'implantation d'une loi fortement non linéaire dans un code de calcul par éléments finis. La gestion de l'anisotropie sur les parties élastiques et viscoplastiques est réalisée à partir de la connaissance des tenseurs d'orientation d'ordre deux et des méthodes classiques d'homogénéisation.

Dans la suite de ce manuscrit, notre objectif sera de définir une loi de comportement inspirée des travaux de LAUNAY à mi-chemin entre les approches phénoménologiques et micromécaniques.

4.2 Génération d'une base de données mécanique

4.2.1 Outils expérimentaux

Dans ce paragraphe, nous allons présenter les machines et moyens d'acquisitions utilisés durant toute l'étude pour la caractérisation mécanique et thermomécanique de nos matériaux.

4.2.1.1 Machines d'essais

Nous avons principalement utilisé trois machines. Leur choix a été motivé par les besoins en termes de capacité d'effort, de qualité d'asservissement, de fréquence d'utilisation et de disponibilité au sein du laboratoire iRDL.

Machine de traction dynamique INSTRON® (modèle 1342) 100kN

Machine de fatigue hydraulique équipée d'une cellule d'effort de 100kN et de mors hydraulique. Elle permet de réaliser des essais quasi statiques et cycliques jusqu'à une fréquence de 2Hz pour nos éprouvettes. Principalement utilisé pour les essais de fatigue et les éprouvettes de 8mm d'épaisseur.

Machine de traction/torsion électrodynamique BOSE®

Machine ElectroForce® 3330 dotée d'un moteur linéaire électromagnétique, d'une cellule d'effort de $3.2kN$ et de mors mécaniques. Principalement utilisée pour les essais de comportement et cycliques jusqu'à $5Hz$ sur éprouvettes amincies en raison de la capacité de charge.

Machine de traction électrodynamique INSTRON® E10000

Machine de traction dynamique possédant la technologie ElectroPulse développée par INSTRON®. Mors pneumatiques et mécaniques. Elle possède un assistant de réglage de l'asservissement performant et permet d'obtenir des pilotages très précis en effort comme en déplacement pour des fréquences allant jusqu'à $5Hz$ pour des efforts jusqu'à $10kN$. Principalement utilisée pour les essais cycliques et de comportement sur les éprouvettes jusqu'à $4mm$ d'épaisseur.

4.2.1.2 Systèmes d'acquisition

Lors de la réalisation de nos essais, l'acquisition des efforts est réalisée par les cellules d'effort (classe 0.5) des machines utilisées. Leurs calibrations ont été vérifiées avant de débiter les campagnes d'essais. L'acquisition des déplacements et déformations est réalisée de deux façons : par corrélation d'images, aussi souvent que possible et par extensométrie à couteaux.

4.2.1.2.1 Corrélation d'images

Dans le chapitre 2 section 2.4 page 36, nous avons montré la difficulté d'obtenir de véritables éprouvettes de caractérisation mécanique homogène pour notre matériau en raison du procédé d'obtention des éprouvettes par usinage de plaques injectées. Ainsi, bien que les éprouvettes amincies améliorent ce critère d'homogénéité dans l'épaisseur, il peut demeurer quelques hétérogénéités de surface. De même, pour des orientations de renfort ayant une orientation autre que 0° ou 90° par rapport à la direction de sollicitation, une mesure scalaire ne pourrait pas représenter correctement des déplacements dont les directions principales ne sont pas colinéaires avec la direction de chargement. Pour ces situations, une mesure de champs joue un rôle primordial.

Parmi les différentes techniques de mesure de champs utilisées [Pet82; Chu85; Dou00; Ber01; Lag06] la corrélation d'images est un moyen intéressant dans notre situation. Elle est rapide à mettre en place, non intrusive et permet d'obtenir des champs de déplacement précis. De ce fait, nous l'utilisons de deux façons :

- 1) Nous effectuons un suivi complet de l'essai avec une fréquence d'acquisition nous permettant d'avoir suffisamment de points pour observer les mécanismes de déformation en jeu. Si l'homogénéité des déplacements dans la zone utile le permet, nous obtenons ensuite une déformation vectorielle temporelle en moyennant les déformations dans la direction de sollicitation. Nous avons ainsi une mesure comparable à celle obtenue par l'extensométrie à couteaux.
- 2) Certains essais complexes sont très longs (plusieurs heures). Ne disposant pas encore d'outils permettant la gestion de l'acquisition des photos en fonction de l'évolution du gradient de déplacement et non d'une donnée temporelle, nous ne pouvons pas nous permettre de faire une acquisition suffisamment complète pour obtenir une courbe traction/déformation exploitable du point de vue de la caractérisation mécanique. Le stockage de données et le temps de traitement seraient alors déraisonnables. Dans ce cas, nous réalisons une acquisition d'images à

une fréquence ne nous faisant pas excéder 1000 images afin d'avoir quelques points de comparaison entre les données bidimensionnelles et celles obtenues par extensométrie à couteaux. Cela nous permet également de vérifier l'homogénéité des champs de déplacement.

Matériels

L'acquisition est réalisée avec une Retiga™ 6000 de la marque QImaging. Ce modèle dispose d'un capteur de 16mm de diagonal avec une résolution maximale de 6.05Mpixels et un pitch de 4.54μm. La haute sensibilité nous permet de réduire fortement le temps d'ouverture du capteur dans de bonnes conditions d'éclairage. Associée à un objectif Nikon ED AF MICRO NIKKOR 70-180mm 1:4.5-5.6 D, nous pouvons observer avec précision des zones de faibles dimensions comme la tranche de nos éprouvettes.

Préparation des échantillons

Afin d'utiliser la méthode de corrélation d'images, la surface de l'échantillon observée doit posséder une texture habituellement appelée *mouchetis*². Comme illustrée sur la figure 4.8a, cette texture est un ensemble de marqueurs ponctuels de taille petite et variable observés en niveaux de gris. Nous pouvons l'obtenir de diverses façons : par interférence d'une source lumineuse cohérente, nous parlons alors de granularité laser [Pet82; Che92]. Cette méthode apparue dès les débuts de la corrélation d'images tend à disparaître par souci de simplicité. Par application de gouttelettes de peinture noire et blanche [Bru89] ou par impression de type toner [Sut99].

La qualité du mouchetis peut être mesurée par plusieurs facteurs, notamment par l'entropie de Shannon : plus elle est élevée pour une image moins l'erreur moyenne d'estimation des déplacements sera importante [Liu15; Cra13]. La distribution de tailles des marqueurs est aussi un gage de précision de la mesure tout en notant qu'ils doivent être le plus fin possible [Cra13]. L'histogramme des niveaux de gris de l'image doit également montrer un bon contraste c'est-à-dire qu'il doit être bien réparti sur l'ensemble des 256 niveaux de gris et non concentré à un certain endroit [Dou00].

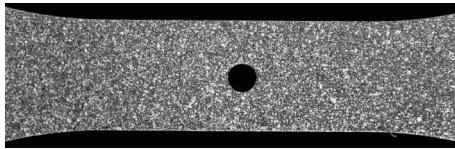
Notons également que certains auteurs proposent l'utilisation de revêtements déformables pour améliorer la précision de l'estimation par rapport à un mouchetis non déformable dans le cas particulier des grandes déformations [Bar12].

Durant notre étude, nous avons employé la méthode de réalisation du mouchetis à partir de spray aérosol de peinture en utilisant trois couleurs : noire, blanche et grise (noir de carbone). Par applications successives et répétées en incidence directe de chacune des couleurs, nous arrivons à obtenir un revêtement adhésif au support, homogène, régulier possédant des marqueurs de différentes tailles répartis aléatoirement. L'histogramme figure 4.8b montre également que, sur la surface de l'éprouvette, le contraste de l'image permet d'appliquer la méthode de corrélation d'images.

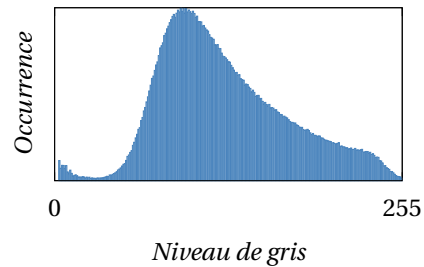
Synchronisation des images

Afin de synchroniser les images aux différentes variables d'acquisition machine comme l'effort, le déplacement traverse ou encore le déplacement de l'extensomètre à couteaux, nous avons mis en place, avec l'aide de Frédéric MONTEL, ingénieur de recherche à l'IRD, un système de communication synchronisé entre la machine d'essai et la caméra par l'intermédiaire d'un boîtier piloté par

2. Précisons que des méthodes de corrélation d'images fonctionnent aussi à partir d'une grille tracée sur l'échantillon [Gol95]. Cette méthode possède l'avantage de ne pas cacher la microstructure pour l'étude des phénomènes présents dans les matériaux fortement hétérogènes. Cependant, la précision spatiale est souvent moins importante pour une mise en œuvre plus complexe. N'étant donc pas totalement adaptée à notre étude, nous ne parlerons pas de cette méthode plus longuement.



(a) – Exemple de mouchetis réalisé sur une éprouvette percée



(b) – Histogramme des niveaux de gris de la surface de l'éprouvette associés à l'image 4.8a

Figure 4.8 – Illustration des mouchetis réalisés et utilisés dans notre étude : exemple et histogramme des niveaux de gris associé

LABVIEW³, figure 4.9. Le principe est simple : la caméra est paramétrée pour une fréquence d'acquisition et un temps d'ouverture donnés. À chaque ouverture du capteur et pendant toute sa durée, un signal trigger est envoyé au boîtier d'acquisition qui enregistre les grandeurs machines à l'ouverture, à la fermeture et en moyenne sur la durée de l'ouverture du capteur. À la fin de l'acquisition, ces données sont sauvegardées dans un fichier texte pouvant être traité par la suite.

L'enregistrement des données machines à l'ouverture, à la fermeture et en moyenne durant le temps d'ouverture, nous permet de nous assurer que l'image correspond bien à un instant où la variation des différentes grandeurs acquises reste négligeable. L'exemple de la variation de l'effort durant l'ouverture du capteur est illustré figure 4.10. Dans le cas contraire, nous pourrions obtenir, notamment pour les essais cycliques, des courbes contraintes/déformations biaisées (courbes enveloppes de la variable acquise aux moments de l'ouverture et de la fermeture). Pour éviter ce problème, plus la vitesse de sollicitation est élevée, plus nous devons diminuer le temps d'exposition. Pour cela, nous sur-éclairons symétriquement⁴ notre échantillon avec des lampes LED.

Post-traitement et corrélation des images

Le post-traitement des images acquises est réalisé avec l'outil NCORR⁵, un programme de corrélation d'images (DIC analysis) bidimensionnel open source développé sous MATLAB par Justin BLABER et Antonia ANTONIOU de l'institut Georgia Tech [Bla15; Gha16; Har14]. L'algorithme utilisé par NCORR pour la corrélation d'images est basé sur le réseau RG-DIC développé par PAN [Pan12] qui est robuste et numériquement efficace. Il améliore notamment l'estimation des déplacements dans le cas des grandes perturbations. Les paramètres de calcul ont été choisis de façon à minimiser le bruit de l'estimation des déplacements en fonction de la réponse de notre matériau pour des hypothèses de petites perturbations et d'analyse continue. Les déformations de Green-Lagrange sont ensuite calculées à

3. LABVIEW est un logiciel de développement de systèmes pour les applications de test, de mesure et de contrôle/commande, et permet d'accéder rapidement au matériel et aux informations sur les données. Distribué par NATIONAL INSTRUMENT. <http://www.ni.com/fr-fr/shop/labview.html>

4. Un éclairage non symétrique induirait des zones d'ombre et donc un contraste non homogène sur l'ensemble de l'image traitée. Il en résulterait des imprécisions et erreurs lors du calcul de corrélation.

5. <http://www.ncorr.com>

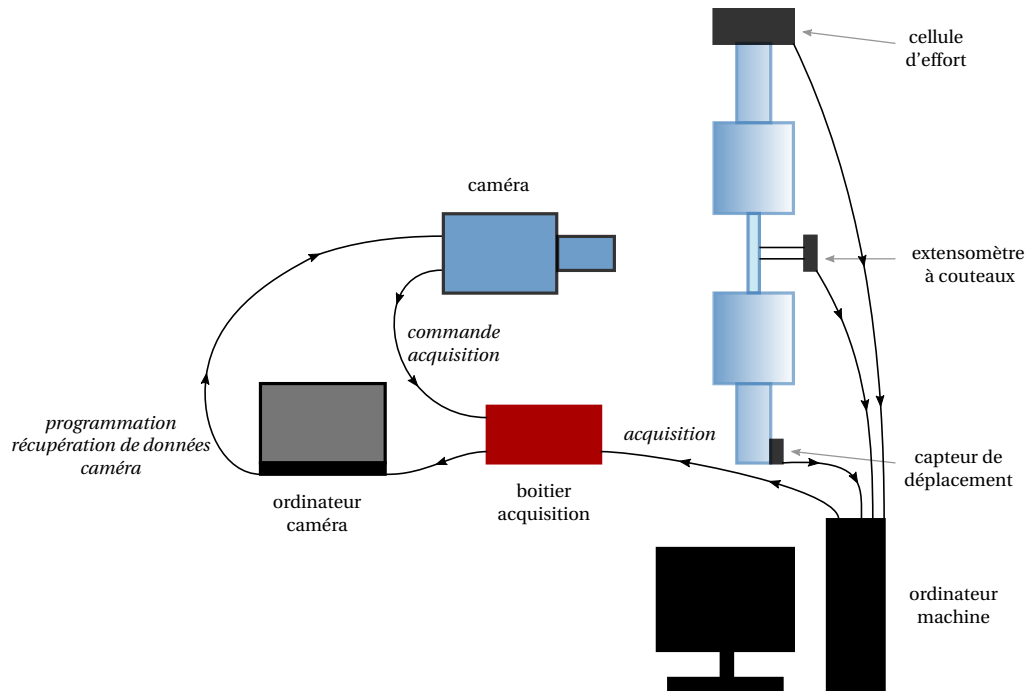


Figure 4.9 – Illustration du dispositif de corrélation d'images

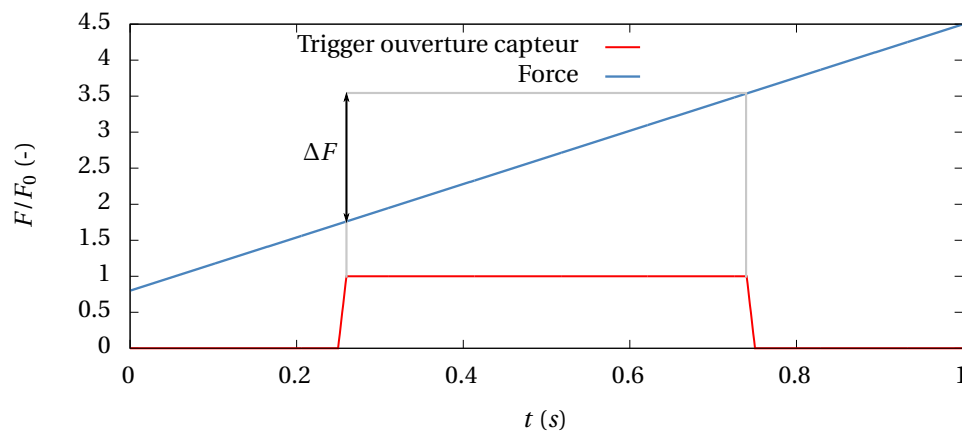


Figure 4.10 – Illustration des précautions expérimentales pour l'acquisition des images. Pour avoir une courbe contraintes/déformations pertinente, nous devons nous assurer que ΔF reste faible. Il en est de même pour les autres grandeurs synchronisées. Pour cela, quand nous ne pouvons pas influencer sur la vitesse de variation des grandeurs considérées, il faut diminuer au maximum le temps d'exposition.

partir des champs de déplacements :

$$\begin{aligned} E_{11} &= \frac{1}{2} \left(2 \frac{\partial u_1}{\partial x} + \left(\frac{\partial u_1}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial u_2}{\partial x} \right)^2 \right) \\ E_{12} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial y} + \frac{\partial u_2}{\partial x} + \frac{\partial u_1}{\partial x} \frac{\partial u_1}{\partial y} + \frac{\partial u_2}{\partial x} \frac{\partial u_2}{\partial y} \right) \\ E_{22} &= \frac{1}{2} \left(2 \frac{\partial u_2}{\partial y} + \left(\frac{\partial u_1}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial u_2}{\partial y} \right)^2 \right) \end{aligned} \quad (4.21)$$

avec u_1, u_2 tel que $\underline{u} = \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \end{pmatrix}$ et E_{11}, E_{12}, E_{22} tel que $\underline{\underline{E}}^{GL} = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} \\ E_{12} & E_{22} \end{pmatrix}$ où 1 et 2 représentent les axes principaux de l'image et en l'occurrence du chargement.

Bien que NCORR fournisse un outil de visualisation des résultats, notons également l'existence de l'outil NCORR POST⁶ développé par Václav NEŽERKA à l'université technique tchèque de Prague [NEŽ14]. Cet outil est complémentaire de NCORR et permet notamment plus d'options d'affichage.

4.2.1.2.2 Extensométrie à couteaux

Extensomètre INSTRON® 2620-601

Extensomètre à couteaux utilisé avec la machine INSTRON® 1342. Mesure de déformation axiale. Base de mesure $12.5 \pm 5 \text{ mm}$. Fréquence maximale d'utilisation 50 Hz .

Extensomètre EPSILON®

Extensomètre à couteaux modèle 3442-010M-020-LHT utilisé avec la machine BOSE® 3330. Mesure de déformation axiale. Base de mesure $10 \pm 2 / -0.5 \text{ mm}$. Fréquence maximale d'utilisation 50 Hz .

Extensomètre INSTRON® 2620-603

Extensomètre à couteaux utilisé avec la machine INSTRON® E10000. Mesure de déformation axiale. Base de mesure $10 \pm 5 \text{ mm}$. Fréquence maximale d'utilisation 100 Hz .

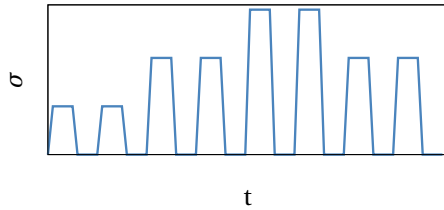
4.2.2 Base de données expérimentale

Une première base expérimentale a été réalisée en s'inspirant des travaux de LAUNAY, [Lau11]. En effet, il met en avant que certains traits de comportement phénoménologique sont mis en avant par un ensemble de trois essais complexes : anhystérétique (ANH), fluage-recouvrance-cyclique (FRC) et traction-relaxation-recouvrement (TRR) visibles sur la figure 4.11. Le PA66 renforcé en fibres de verre courtes, étudié dans ses travaux, semblant de prime abord avoir un comportement similaire à notre matériau A, nous avons réalisé ces essais sur nos éprouvettes complètes de géométrie G1. Nous avons également réalisé des essais de traction et compression monotone à différentes vitesses de chargement et des essais cycliques à différentes amplitudes et fréquences. Cette première base de données sur éprouvette complète a pour vocation de mettre en évidence les blocs de modélisation

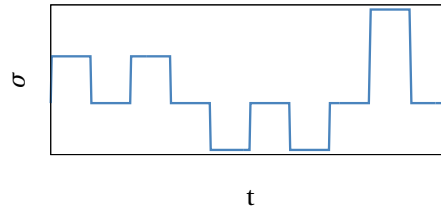
6. <http://mech.fsv.cvut.cz/nezerka/DIC/index.htm>

nécessaires à la description du comportement phénoménologique de notre matériau, mais ne permet pas de le caractériser (voir chapitre 2 section 2.4.3 page 38).

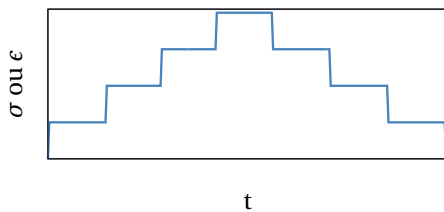
Fluage-Recouvrance Cyclique type 1 (FRC)



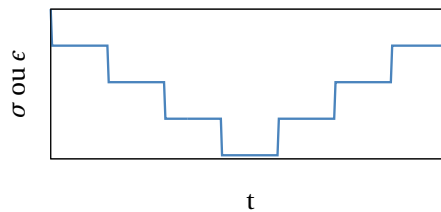
Fluage-Recouvrance Cyclique type 2 (FRC)



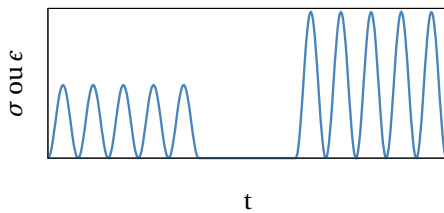
Courbe anhystérétique en traction (ANH)



Courbe anhystérétique en compression (ANH)



Cyclique Auto-Échauffement (AE)



Traction-Relaxation-Recouvrance (TRR)

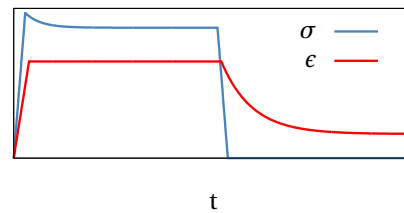


Figure 4.11 – Visualisation de la base expérimentale des essais complexes

Dans les paragraphes à venir, nous allons reprendre les résultats obtenus pour ces différents types d'essais et réaliser les premières hypothèses concernant les éléments de modélisation nécessaires.

4.3 Analyse de la réponse mécanique

Dans cette section, nous détaillons le protocole expérimental et nous analysons les résultats des essais présentés figure 4.11. Cela nous permettra de dégager les traits de comportement de notre matériau *A* et de proposer une loi de comportement phénoménologique.

Dans cette section, nous montrons quelques résultats obtenus lors de nos campagnes d'essais. Nous avons pris soin de vérifier la répétabilité des phénomènes observés en fonction de l'orientation et de la position de prélèvement des éprouvettes. Pour alléger la présentation des résultats, nous prendrons uniquement les résultats obtenus pour une éprouvette par type d'essais, en variant la position et l'orientation de prélèvement, pour appuyer le caractère général des phénomènes décrits.

Dans un souci de confidentialité des données, nous avons adimensionné tout les résultats en contrainte, déformation, aire d'hystérésis et module élastique, respectivement par σ_0 , ϵ_0 , h_0 et E_0 , quatre constantes choisies arbitrairement. Ces valeurs sont gardées constantes tout au long du manuscrit afin de pouvoir comparer les différents graphiques.

4.3.1 Essais de traction monotone

Le premier essai classique est la traction monotone à rupture pour différentes vitesses de chargement. Cela permet d'évaluer, entre autres, la sensibilité de la réponse mécanique à la vitesse, mettant ainsi en relief les phénomènes visqueux aux temps caractéristiques courts. Nous présentons les résultats obtenus pour des éprouvettes prélevées à 45° aux vitesses de sollicitation 0.06, 0.6, 6. et 60. kN/min (soit environ 0.002, 0.02, 0.2 et 2. MPa/min) sur la figure 4.12.

Nous pouvons observer une dépendance de la réponse mécanique au changement de vitesse de sollicitation notamment dans le domaine non linéaire. Cela traduit la présence de phénomènes visqueux qui peuvent être linéaires, non-linéaires, élastiques et/ou plastiques.

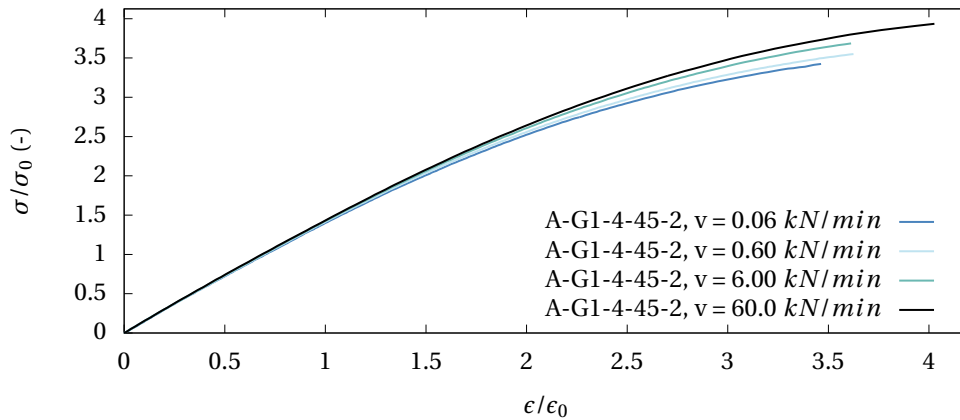


Figure 4.12 – Influence de la vitesse de sollicitation sur un essai de traction monotone

4.3.2 Essais de compression monotone

Les éprouvettes de géométrie *G1* issues des plaques d'épaisseur 4 mm permettent de réaliser des essais en compression jusqu'à un niveau de chargement/déformation élevé avant flambement. L'instant de départ de l'instabilité est facilement décelable sur la réponse mécanique. Cela nous permet de comparer la réponse en compression à celle en traction pour des vitesses de sollicitation comparables.

Nous comparons ici les résultats issus d'éprouvettes prélevées à 0°. L'essai de traction présenté ici n'est pas mené jusqu'à rupture, mais il est extrait d'un essai plus complexe pour comparer une même vitesse de sollicitation de 1 kN/min .

Nous pouvons observer sur la figure 4.13 que la réponse en compression est plus souple qu'en traction sur l'ensemble de la réponse mécanique. La non-linéarité lors de la compression semble également plus importante. Nous pouvons donc envisager une dissymétrie de comportement traction/compression. Cette dissymétrie pourrait être la conséquence d'un écrouissage cinématique initial lié à d'éventuelles contraintes internes résultant du procédé d'obtention.

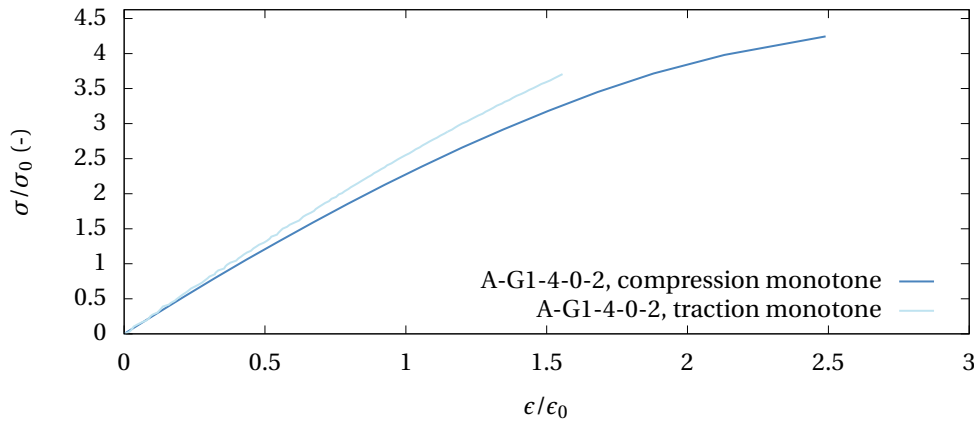


Figure 4.13 – Comparaison entre la réponse en traction et en compression pour une sollicitation monotone

4.3.3 Fluage-Recouvrance-Cyclique (FRC)

Des essais de traction monotone ne sont pas suffisants pour analyser la réponse mécanique non linéaire d'un matériau. Comme RÉMOND le met en évidence pour des thermoplastiques semi-cristallins renforcés, l'étude de la réponse cyclique doit faire intervenir des histoires de chargement complexes de façon à différencier les réponses des modèles envisageables et à mieux comprendre les mécanismes de déformations présents [Rém05] .

L'essai FRC permet ainsi de mettre en évidence les caractéristiques de la réponse visqueuse à différents niveaux de chargement et en fonction de l'histoire du matériau.

Nous avons réalisé deux types d'essais FRC, tous deux pilotés en effort avec une vitesse de sollicitation de l'ordre du kN/min :

- 1) un premier type d'essai FRC imposant une sollicitation en traction d'amplitude croissante puis décroissante en doublant chaque palier. Différents temps de fluages/recouvrements ont été testés, variant de quelques minutes à une heure, afin d'observer des phénomènes visqueux à moyen et long terme (figure 4.14) ;
- 2) un deuxième type d'essai FRC, similaire au type 1, alternant les paliers en traction et en compression de même amplitude. Cette fois-ci, l'amplitude est uniquement croissante (figure 4.15).

L'analyse de ces deux types d'essais FRC peut nous permettre de proposer certaines hypothèses. Pour commencer, si nous regardons les résultats de l'essai FRC type 1 (figure 4.14 page suivante) nous pouvons constater la présence de plusieurs phénomènes :

- 1) des écoulements visqueux marqués sont observables à partir d'un certain niveau de contrainte durant les temps de fluage. Cependant, cette réponse visqueuse semble être négligeable en dessous d'un certain seuil en contrainte (réponse purement élastique) ;
- 2) une déformation résiduelle augmentant et diminuant avec l'amplitude de contrainte des paliers est détectable. Le seuil d'apparition de la non-linéarité de la réponse semble également être celui de l'apparition de cette déformation résiduelle ;
- 3) enfin, nous pouvons constater la présence de viscosité même à de faibles niveaux de contrainte illustrée par les temps de recouvrance. Ce phénomène semble s'intensifier avec l'augmenta-

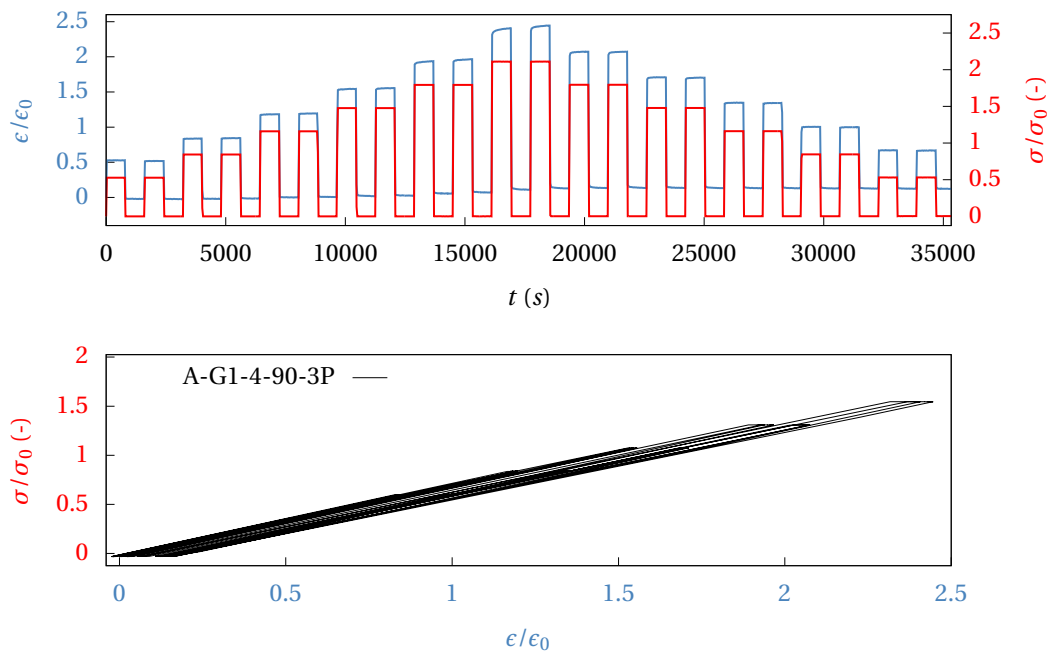


Figure 4.14 – FRC avec des paliers en traction répétés deux fois d'amplitude croissante puis décroissante

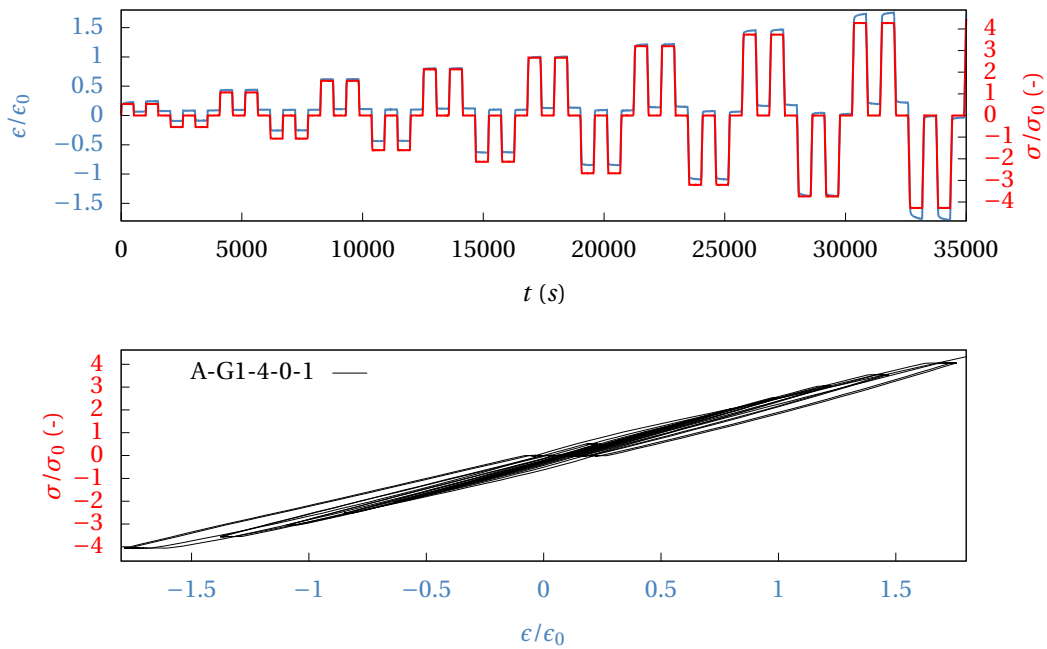


Figure 4.15 – FRC alternant deux paliers de même amplitude croissante en traction puis en compression

tion de la contrainte maximale atteinte durant le palier et présente *a priori* les mêmes non-linéarités que durant les temps de fluage.

Nous pouvons enrichir notre compréhension du matériau en observant l'évolution de la réponse en déformation pour deux paliers consécutifs de même amplitude, à un niveau de chargement suffisamment élevé pour activer les phénomènes plastiques (figure 4.16). Nous pouvons observer l'évolution de deux phénomènes :

- 1) Tout d'abord, en nous focalisant sur les temps de fluage, nous pouvons constater que l'apparition des phénomènes visqueux se produit à partir d'un certain seuil qui augmente sensiblement en passant du premier cycle au second. Cela dénoterait la présence d'un écrouissage cinématique. De plus, sur le premier cycle de chargement, nous constatons que le fluage tend vers une asymptote que nous retrouvons sur le cycle suivant. Dans ce cas, nous pouvons supposer la présence de phénomènes viscoplastiques écrouissables ;
- 2) Si maintenant nous observons les temps de recouvrance, nous pouvons constater, pour les deux cycles, des cinétiques très proches et une très faible évolution de la déformation résiduelle. L'évolution de l'écrouissage semblant faible durant les phases de décharge, nous pouvons supposer que les phénomènes visqueux observés sont de types viscoélastiques. Notons aussi que la cinétique sur les paliers de fluage est différente de la cinétique des paliers de recouvrance, amenant à confirmer la présence de deux phénomènes visqueux distincts ou d'une forte non-linéarité fonction de la contrainte imposée.

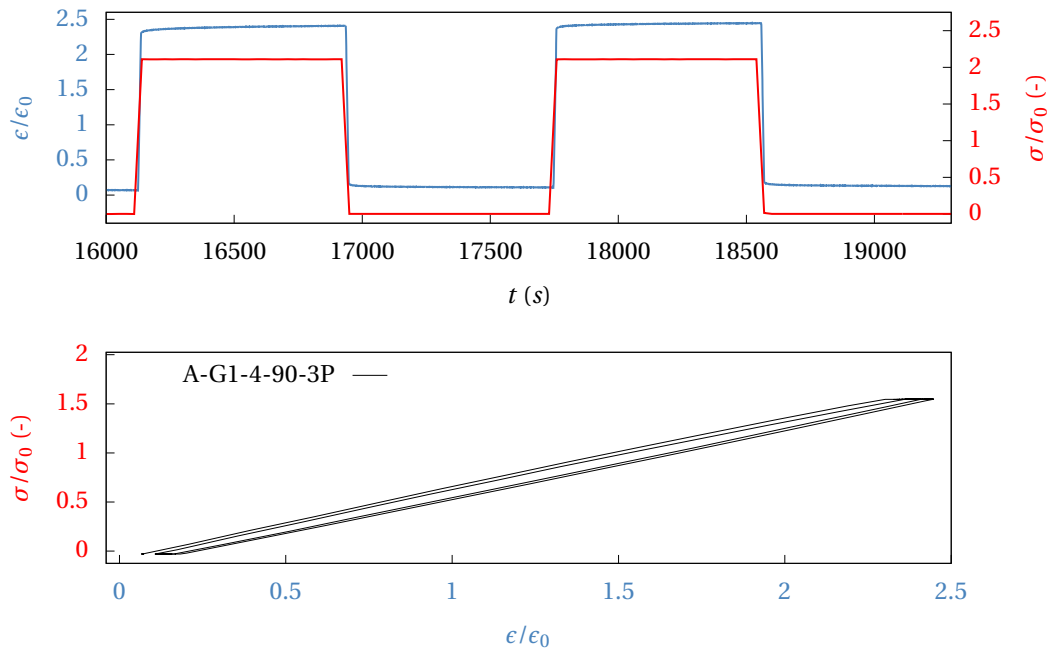


Figure 4.16 – Zoom sur un niveau de chargement élevé en traction pour un essai FRC de type 1

L'essai FRC de type 2 vise à caractériser le comportement du matériau en compression et à mettre en relief les phénomènes d'écrouissage. Les grandes conclusions restent les mêmes et nous pouvons constater une certaine symétrie dans l'allure du comportement en traction et en compression. Les non-linéarités en compression et en traction semblent suivre la même évolution. Notons également

que l'évolution de la déformation résiduelle en passant d'une sollicitation de traction à une sollicitation de compression semble indiquer la présence d'un écrouissage cinématique [Lem09] (figure 4.15 page 107).

Nous pouvons alors émettre plusieurs hypothèses concernant notre matériau. Soit le comportement est de type élastique viscoplastique écrouissable avec des phénomènes visqueux présents à la décharge sous l'effet d'un ré-écrouissage (précisons que la viscosité plastique peut être non linéaire). Soit, le comportement est de type élastique viscoélastique viscoplastique écrouissable avec des phénomènes viscoélastiques linéaires et/ou non linéaires et viscoplastiques linéaires et/ou non linéaires. Soit, le comportement est de type élastique viscoélastique écrouissable avec une viscoélasticité non linéaire. Notons cependant que l'évolution de la non-linéarité semble liée à l'évolution de la déformation résiduelle.

4.3.4 Courbe anhystérétique (ANH)

Une courbe anhystérétique correspond à un trajet de charge/décharge en traction, interrompu par des paliers de fluage (figure 4.17) ou de relaxation (figure 4.18). Cet essai est particulièrement intéressant pour l'étude de la réponse visqueuse en fonction d'une large gamme de déformations ou contraintes imposées. Les durées des paliers varient entre cinq et plusieurs dizaines de minutes.

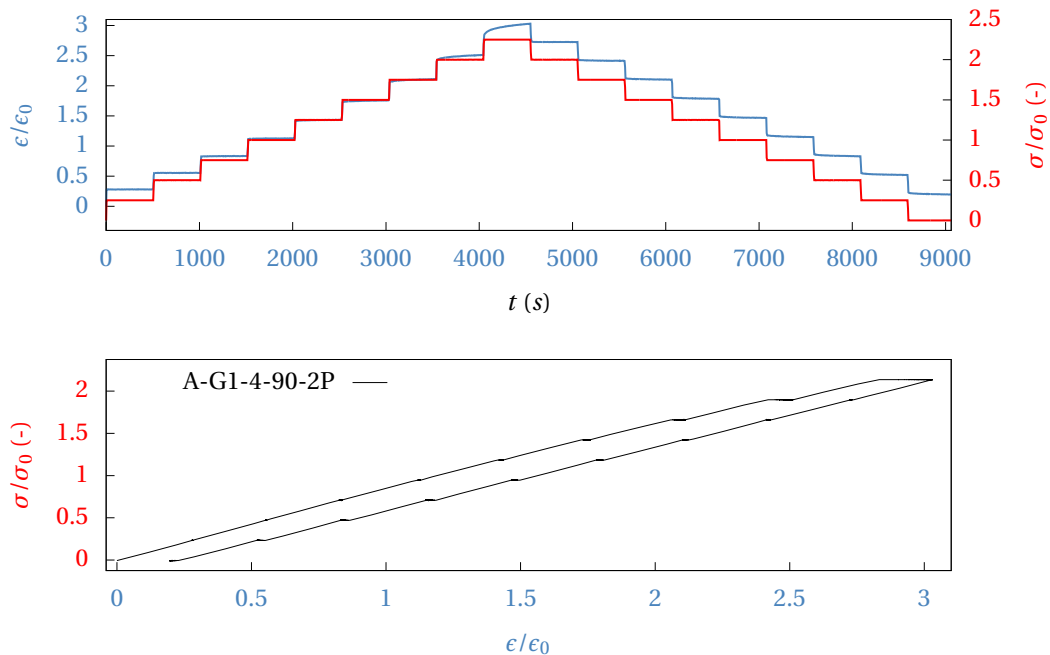


Figure 4.17 – Essai anhystérétique en fluage

Les essais ANH mettent aussi en relief la présence de phénomènes visqueux non linéaires avec la présence d'un écrouissage cinématique *a priori*. Un écrouissage isotrope négatif pourrait également décrire l'inversion des cinétiques de relaxation lors de la décharge par rapport à la phase de charge. Cette dissymétrie nous informe aussi que la non-linéarité de la réponse visqueuse ne dépend pas du niveau d'effort, mais d'une autre variable.

La figure 4.18 compare les différences de comportement des essais ANH en traction et en compression. Nous constatons que l'allure du comportement est similaire, mais que la réponse en compression est plus souple comme nous l'avons noté avec les essais en compression monotone à rupture.

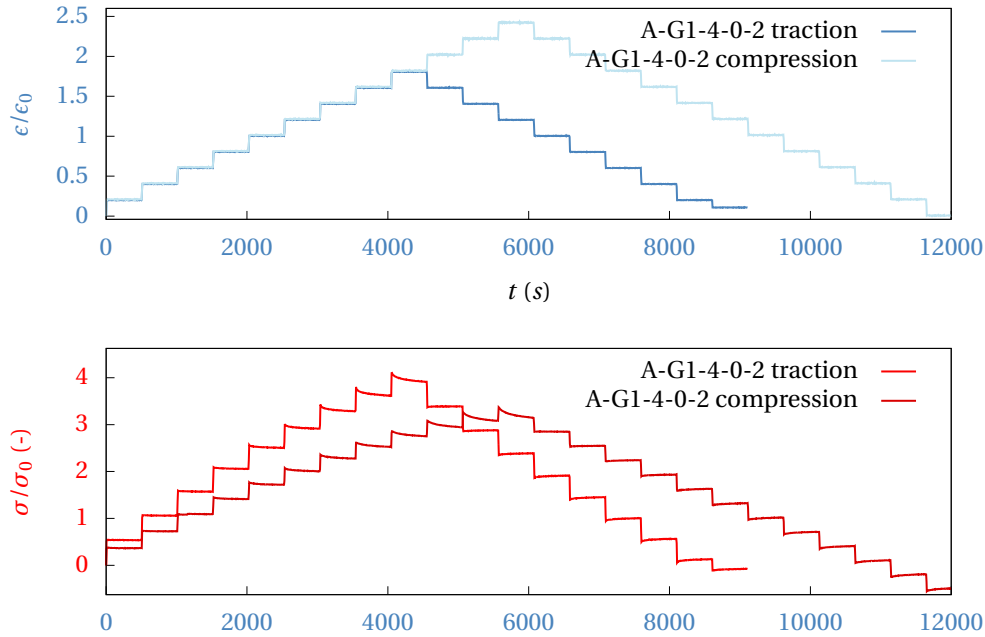


Figure 4.18 – Comparaison entre la réponse des essais anhystériques en relaxation en traction et en compression (valeur absolue)

4.3.5 Traction-Relaxation-Recouvrance (TRR)

Comme le montre KICHENIN dans ses travaux de thèse, l'essai de traction-relaxation-recouvrance permet de mettre en avant les traits de caractères visqueux élastiques et/ou plastiques des matériaux polymères [Kic92]. Comme le nom l'indique, ces essais sont une succession de trois étapes : traction puis relaxation puis recouvrance. Nous avons réalisé cet essai pour des éprouvettes de type 1 et 2 de géométrie *GI* prélevées à 0° pour trois paliers de déformation maximale (figure 4.19 page suivante).

Comme le détail KICHENIN, les phénomènes attendus pour un thermoplastique fibré sont principalement : une élasticité accompagnée d'une viscoélasticité et/ou d'une viscoplasticité. Cependant, l'une et/ou l'autre peuvent être linéaire ou non linéaires et il existe différentes façons de les caractériser. Ainsi, comme il l'avait constaté pour son matériau, aucune des classes comportementales classiques ne semble décrire le comportement de notre matériau. Pour restituer les effets non linéaires mis en évidence il faudrait avoir simultanément des réponses de comportement issues de plusieurs lois sans qu'aucune combinaison de blocs de modélisation classique ne semble appropriée [Kic92]. D'où la nécessité de proposer un comportement original.

Nous retrouvons aussi le fait qu'aux faibles niveaux de chargement, la déformation est entièrement recouvrée tandis qu'aux niveaux de contrainte plus élevés, une déformation résiduelle subsiste même après plusieurs heures de recouvrance.

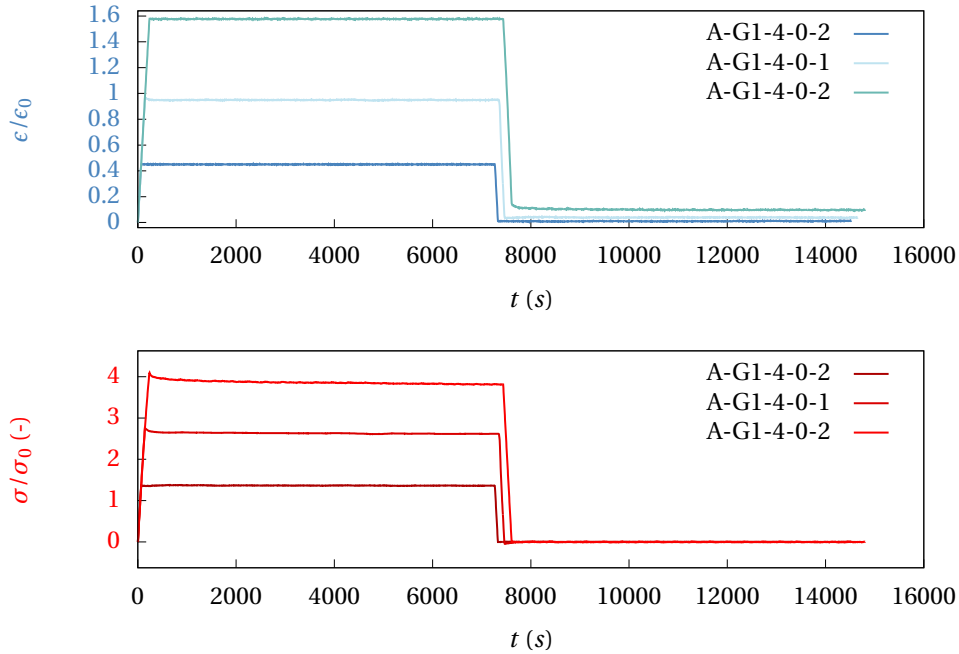


Figure 4.19 – Essais TRR pour des éprouvettes prélevées à 0 degré pour trois niveaux de déformation maximale

4.3.6 Essais cycliques

Gardant à l'esprit que la finalité de ce modèle est principalement la prévision du comportement cyclique de la pièce pour des applications en fatigue, l'analyse mécanique des essais cycliques apporte des informations complémentaires sur l'effet de l'histoire du chargement sur la réponse mécanique. Comme nous l'avons présenté dans le chapitre précédent, nous proposons dans cette étude de mesurer expérimentalement la dissipation intrinsèque de notre matériau sur les tous premiers cycles de chargement et nous développons notre loi de comportement pour l'estimer dans les mêmes conditions. Ainsi, notre modèle doit pouvoir décrire finement la réponse cyclique du matériau pour les premiers cycles de chargement.

Nous allons présenter ici des résultats mécaniques obtenus en suivant le même protocole expérimental que celui des caractérisations thermomécaniques présenté à la section 3.16 page 70. L'ensemble des essais sont pilotés en effort. Les éprouvettes sont soumises à deux types d'essais. Dans le cas des essais d'auto-échauffement, nous réalisons une sollicitation pilotée en effort qui consiste en une succession de blocs de chargement cyclique, d'amplitude de contrainte croissante et séparés par des paliers de refroidissement à effort nul pendant une durée de t_{relax} . Chaque bloc est constitué de n cycles à isoamplitude, à une fréquence de 1, 2 ou 5 Hz et avec un rapport de charge R nul ($R = \sigma_{\text{min}}/\sigma_{\text{max}} = 0$). Précisons que n est choisi en fonction du type d'analyse lors de l'étude du critère énergétique ($n \in \llbracket 10, 20 \rrbracket$). Le second type d'essais correspond aux essais de fatigue et reprend les mêmes paramètres de sollicitation pour un bloc de chargement unique mené jusqu'à rupture.

Pour ces essais cycliques, l'analyse des données mécaniques est principalement basée sur l'étude des évolutions de l'aire d'hystérésis h , du module sécant E_s et de la déformation résiduelle ϵ_r , obtenus directement à partir des enregistrements au cours de l'essai (voir figure 4.20). Ainsi, nous allons présenter l'évolution observée de chacune de ces trois grandeurs.

Aire de boucle h

Si nous observons l'évolution de l'aire de boucle durant les dix premiers cycles pour différents niveaux de chargement d'une éprouvette de notre matériau, nous retrouvons l'évolution présentée sur la figure 4.21. Nous pouvons constater que l'aire de boucle se stabilise au bout de 3 à 4 cycles, quelle que soit l'amplitude de chargement. Aussi, dans cet exemple, nous pouvons noter que même pour un palier de forte amplitude, l'aire de boucle ne semble pas dépendante de la fréquence de sollicitation pour une variation de 1 à 2 Hz. De plus, il semblerait qu'après le changement de fréquence, l'aire de boucle se stabilise à la même valeur sans avoir gardé en mémoire la stabilisation précédente à 1 Hz. Cela pourrait alimenter l'hypothèse que cette stabilisation mécanique est due à des phénomènes visqueux linéaires pour un niveau de chargement donné et ce changement de vitesse de sollicitation.

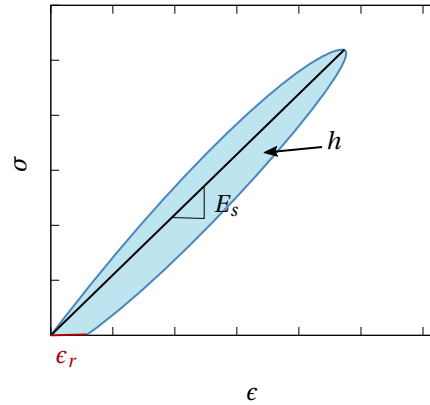


Figure 4.20 – Illustration des grandeurs cycliques mesurées : le module sécant E_s , l'aire de boucle h , et la déformation résiduelle ϵ_r

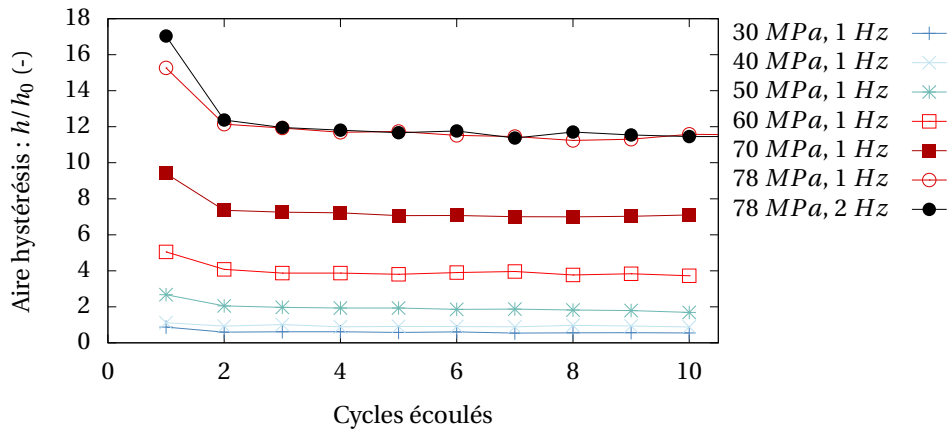


Figure 4.21 – Évolution de l'aire d'hystérésis en fonction du nombre de cycles écoulés et du niveau de contrainte durant un essai d'auto-échauffement - éprouvette A-G1-4-60-3.

Si nous regardons l'évolution de l'aire de boucle à plus long terme durant un essai de fatigue (figure 4.22), nous observons une stabilisation complète au bout de quelques dizaines de cycles. Nous notons seulement une légère augmentation quelques centaines de cycles avant la rupture mettant en évidence des phénomènes probables d'endommagement ultime.

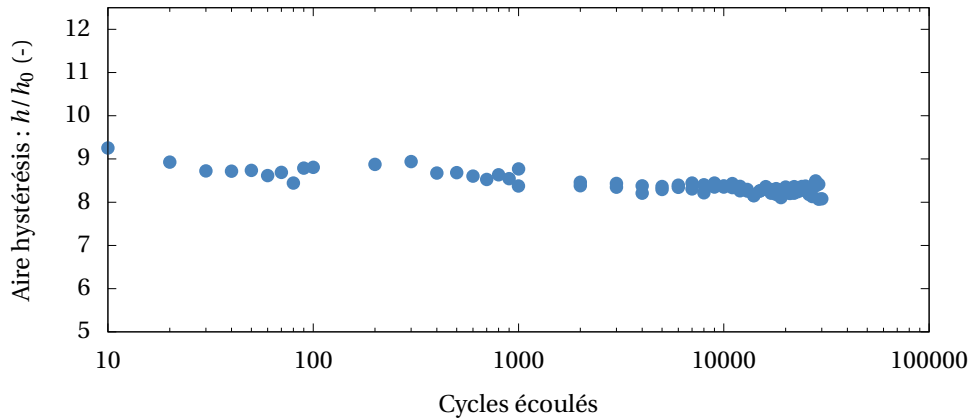


Figure 4.22 – Évolution de l'aire d'hystérésis en fonction du nombre de cycles écoulés durant un essai de fatigue - éprouvette A-G1-4-0-3.

Module Sécant

Contrairement à l'aire d'hystérésis, durant un essai d'auto-échauffement, le module sécant ne semble pas évoluer sur une dizaine de cycles pour un palier de chargement donné. Ce module sécant diminue progressivement lorsque l'amplitude de contrainte augmente, figure 4.23. Cependant, le module sécant semble sensible à la fréquence des essais avec une variation de 1 à 2 Hz. Ce résultat concorde avec les observations des essais de traction à rupture à différentes vitesses.

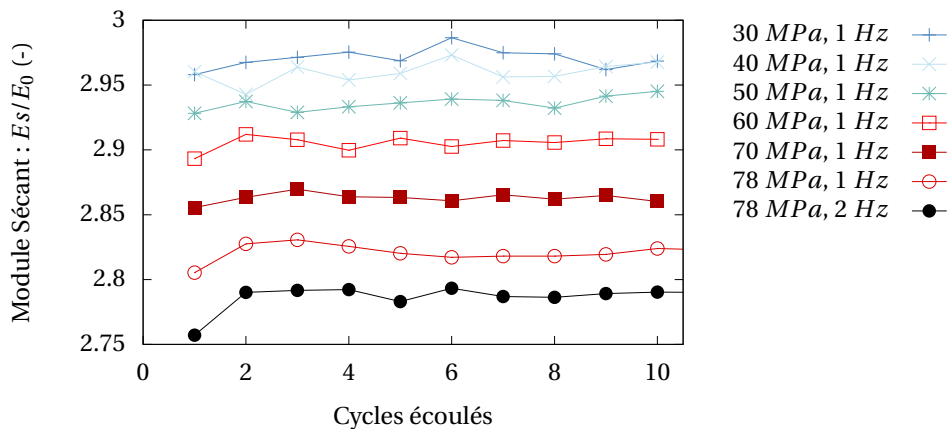


Figure 4.23 – Évolution du module sécant en fonction du nombre de cycles écoulés durant un essai d'auto-échauffement.

Durant les essais de fatigue, figure 4.24, contrairement à l'observation sur une dizaine de cycles, nous pouvons constater que le module sécant évolue très peu jusqu'à la moitié de la durée de vie avant de diminuer progressivement jusqu'à la rupture. Nous pouvons ainsi supposer que les phénomènes

d'endommagement influent peu sur la réponse mécanique durant la première moitié de la durée de vie des éprouvettes, c'est-à-dire en régime stabilisé.

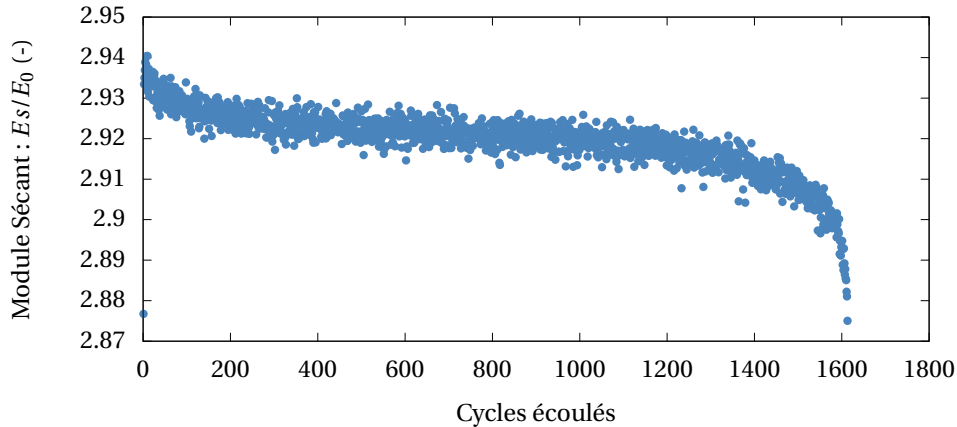


Figure 4.24 – Évolution du module sécant en fonction du nombre de cycles écoulés durant un essai de fatigue - éprouvette A-G1-4-0-3.

Déformation résiduelle

La première courbe que nous proposons est une comparaison de la déformation résiduelle entre le 1^{er} et le 10^e et dernier cycle de chaque bloc de chargement à iso amplitude durant les essais d'auto-échauffement. Nous pouvons noter une évolution de la déformation permanente dès les premiers niveaux de chargement et donc supposer un seuil de plasticité très faible ou la présence de phénomènes visqueux à temps caractéristiques élevés. Dans ce cas, suite aux observations de la réponse des essais TRR et FRC, le temps caractéristique serait supérieur à plusieurs heures. Cependant, pour les premiers paliers de chargement, l'évolution de la déformation résiduelle entre le premier et le dernier cycle est très faible, ce qui semble indiquer que la majorité de la déformation résiduelle est créée lors du premier cycle de chargement, ce qui est corrélé avec une importante variation de l'aire de boucle et du module sécant. Puis, à partir d'une amplitude de contrainte donnée, nous observons une évolution de la déformation résiduelle entre le premier et le dernier cycle du bloc de chargement. Cette évolution n'est pas linéaire en fonction de l'amplitude de chargement, ce qui laisse supposer une viscoplasticité (ou un écrouissage) non linéaire.

Sur la figure 4.26, nous présentons l'évolution de la déformation résiduelle en fonction du nombre de cycles écoulés pour différents niveaux de chargement. Il est mis en évidence que la déformation résiduelle se stabilise à partir du deuxième cycle avec la présence d'une évolution de Rochet très faible pour la majorité des chargements. Notons cependant que l'évolution de Rochet est plus élevée pour les plus hauts chargements cycliques.

4.3.7 Bilan

Rappelons notre cahier des charges présenté dans le chapitre 1. Dans cette étude, nous souhaitons développer une chaîne de calcul permettant de prédire la durée de vie de notre structure. Pour

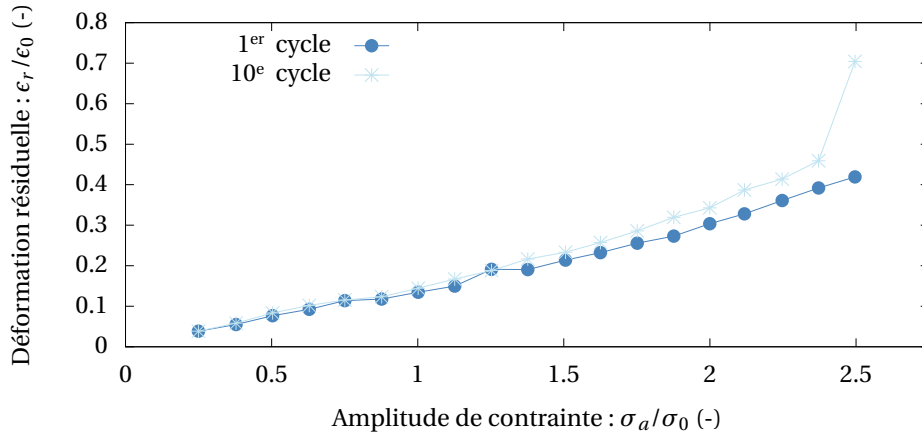


Figure 4.25 – Évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'amplitude de contrainte durant un essai d'auto-échauffement - éprouvette A-G1-4-0-3.

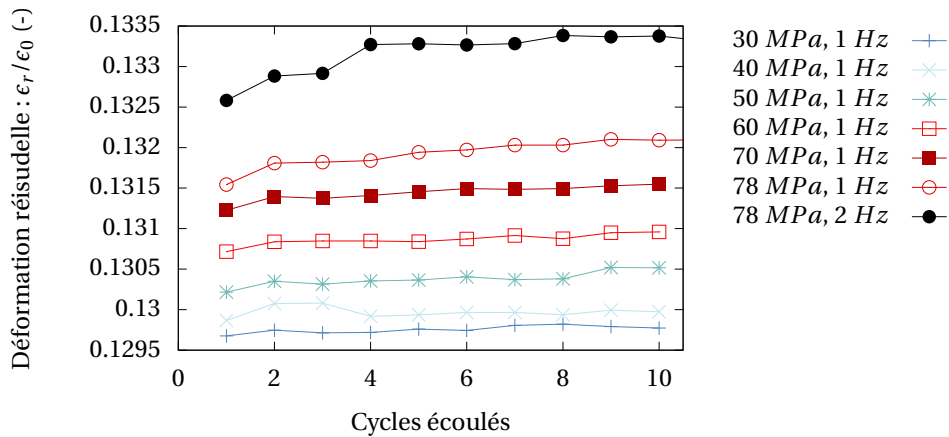


Figure 4.26 – Évolution de la déformation résiduelle en fonction du nombre de cycles écoulés durant un essai d'auto-échauffement.

cela, nous voulons associer une loi de comportement nous permettant de prédire la dissipation intrinsèque qui sera à la base de notre critère énergétique de durée de vie que nous présenterons au chapitre 5. Comme nous l'avons décrit au chapitre 3, nous mesurons expérimentalement cette dissipation intrinsèque avec la méthode d'auto-échauffement en résolvant l'équation de la chaleur en régime transitoire. Le régime transitoire est présenté comme étant les premiers cycles stabilisés (c'est-à-dire après adaptation et/ou accommodation de la réponse mécanique). Dans ce cadre d'étude, notre loi de comportement doit pouvoir simuler le plus précisément possible la réponse cyclique de notre matériau pour un cycle stabilisé au sens du régime stationnaire défini par MAITOURNAM et *al.* [Mai02; Ben12]. Nous accorderons une importance particulière à la description du trajet de chargement et à la description de l'aire de boucle. Nous souhaitons aussi décrire l'évolution de la déformation résiduelle une fois la stabilisation atteinte.

L'analyse de la réponse mécanique du matériau à cet ensemble d'essais permet de conclure que la réponse globale de notre matériau est visqueuse non linéaire. Nous notons également la présence d'un écrouissage pouvant être cinématique et éventuellement isotrope négatif. La non-linéarité visqueuse semble être liée à l'évolution de cet écrouissage sans pour autant créer de déformations irréversibles. Pour une évolution dans le domaine réversible, la réponse semble être élastique tandis que plus l'écrouissage est marqué, plus la réponse est visqueuse. Les phénomènes viscoélastiques semblent prépondérants face aux phénomènes viscoplastiques.

L'étude de la réponse mécanique lors des essais de fatigue, dont le nombre de cycles à rupture est supérieur à plusieurs dizaines de milliers, montre que les phénomènes visibles d'endommagement apparaissent tardivement. Notamment avec une évolution du module sécant qui décroît après avoir été constant sur l'essentiel de la durée de vie. Ainsi, en accord avec notre cahier des charges, en souhaitant modéliser uniquement la réponse pour les cycles stabilisés, il ne semble pas nécessaire d'inclure des mécanismes d'endommagement à notre modélisation.

4.4 Proposition, identification et validation d'un modèle 1D

Dans cette section, nous allons proposer un modèle unidirectionnel et isotrope (comprendre pour une microstructure donnée) permettant de décrire la réponse phénoménologique de notre matériau observé lors de la précédente section. Nous proposerons ensuite une démarche d'identification adaptée et différentes validations pour différentes orientations de prélèvement des éprouvettes.

4.4.1 Proposition d'un modèle

Dans ce paragraphe, nous proposons et justifions le modèle rhéologique figure 4.27 page suivante. Dans un premier temps, nous considérons uniquement le cas unidirectionnel et isotrope. Le modèle proposé est donc ici entendu pour une microstructure donnée.

Comme nous pouvons le voir, nous proposons une modélisation en trois blocs distincts visant à modéliser un comportement élastique viscoélastique plastique non linéaire. Nous allons maintenant justifier l'emploi de chacun des blocs proposés.

Élasticité

Le premier bloc modélise un comportement élastique linéaire. En effet, en nous basant sur les essais de traction à rupture réalisés pour des vitesses de sollicitation variables comprise entre $[1 \times 10^0, 1 \times 10^3] \sigma/min$, nous obtenons un écart relatif très faible de la pente à l'origine. De même, comme

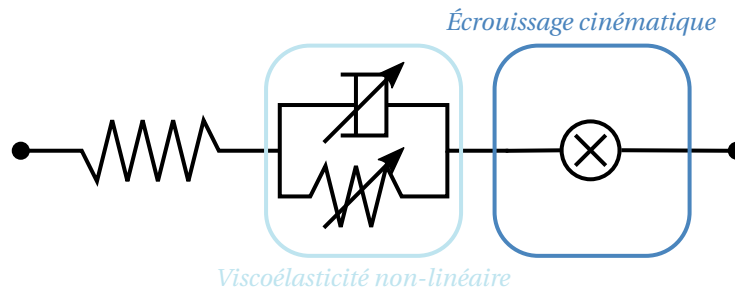


Figure 4.27 – Illustration du modèle proposé pour décrire le comportement mécanique du matériau A

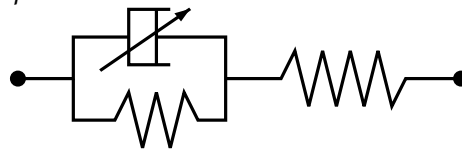
nous l'avons montré avec l'étude de la réponse mécanique à des sollicitations cycliques, nous ne notons pas d'adoucissement cyclique qui pourrait être assimilable à de l'endommagement au cours du chargement (cf cahier des charges chapitre 1 et bilan de l'analyse des essais section 4.3.7 page 114).

Viscoélasticité non-linéaire

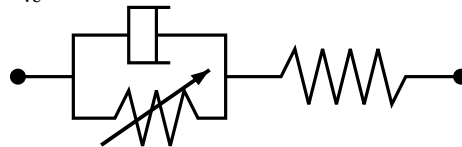
L'analyse des essais de comportement complexes de type FRC (figure 4.14, 4.15) et ANH (figure 4.17) met en évidence la présence de phénomènes visqueux non-linéaires en fonction d'une variable image de l'histoire de chargement autre que le temps. Nous souhaitons dans un premier temps déterminer cette dépendance non-linéaire nécessaire sur la base d'un modèle de Kelvin-Voigt pour décrire la réponse cyclique du matériau durant un essai à vitesse de sollicitation constante durant la phase de charge et de décharge.

Pour justifier le type de « non-linéarité », nous présentons une analyse sur les phases de décharge d'un essai FRC de type 1 en émettant l'hypothèse que nous n'avons pas de ré-écrouissage⁷ durant la décharge. Cette hypothèse est un peu forte sur les niveaux de chargement élevés, mais permet de tester analytiquement et simplement les deux cas de figure suivants :

- 1) Nous considérons que la non-linéarité est liée au caractère visqueux du bloc viscoélastique c'est-à-dire au paramètre η :



- 2) Nous considérons que la non-linéarité est liée au caractère élastique du bloc viscoélastique c'est-à-dire au paramètre E_{ve} :



7. Nous entendons également par « pas de ré-écrouissage à la décharge » que nous avons attendu suffisamment de temps pour que la déformation plastique soit arrivée à stabilisation et de même pour la réponse viscoélastique. En observant la figure 4.14 page 107, nous pouvons nous apercevoir que cela n'est pas réellement le cas à haut niveau de chargement ce qui peut entraîner quelques incertitudes concernant les valeurs obtenues des paramètres.

Dans les deux cas présentés nous avons suivi la même démarche : 1) identification du couple (E_{ve}, η) durant une décharge à un niveau de chargement intermédiaire, 2) application de l'hypothèse que η , respectivement E_{ve} , est constant, et identification de E_{ve} , respectivement η , pour les autres décharges des paliers aux différentes amplitudes.

Sur la figure 4.28, nous présentons la réponse de ces deux cas de figure pour trois décharges de trois paliers, de niveaux bas, intermédiaire et élevé. L'identification du couple de paramètres est réalisée sur le niveau de chargement intermédiaire. Le paramètre variable est ré-identifié sur les deux autres niveaux de chargement. L'analyse de ces résultats amène à plusieurs conclusions. La première est qu'une variation de η est moins satisfaisante en termes de réponse qu'une variation de E_{ve} , si nous considérons des sollicitations à vitesse de chargement ou déchargement constant. En effet, si nous considérons η variable alors nous pouvons voir que la déformation initiale et l'allure de la décharge sont mal estimées alors que, dans le cas où η est constant et E_{ve} variable, la réponse est satisfaisante pour chacun des paliers. Cette seconde solution semble mieux convenir à la description du comportement de notre matériau à une sollicitation cyclique de chargement ou déchargement à vitesse constante.

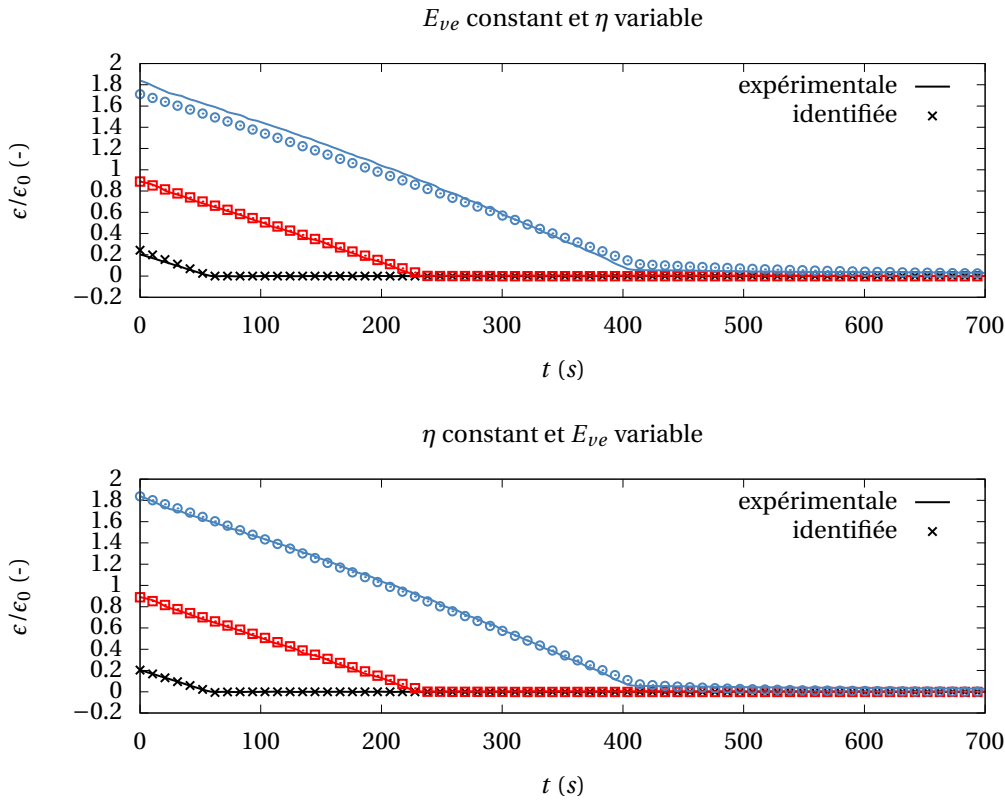


Figure 4.28 – Comparaison entre les deux non-linéarités envisageables pour la viscoélasticité présente pour un essai à vitesse de déchargement constante - éprouvette A-G1-4-0-1

En poursuivant selon ces hypothèses, il est possible de réaliser l'identification de E_{ve} pour un nombre de paliers plus important. Si nous considérons maintenant l'évolution du module élastique

équivalent du matériau E_{eq} en fonction des modules élastique E_e et viscoélastique E_{ve} tel que :

$$E_{eq} = E_{ve} \times E_e / (E_{ve} + E_e)$$

en fonction d'une variable β , éventuellement image de l'évolution de la plasticité atteinte à la fin du chargement du palier étudié, ici prise égale à $\beta = \sigma_{\max}/\sigma_0$, nous pouvons constater qu'il diminue selon une loi polynomiale, figure 4.29. Les ordres deux et quatre semblent donner la meilleure approximation de la réponse montrant un adoucissement du matériau avec l'augmentation de notre variable β . Ainsi, nous pouvons modéliser cette première non-linéarité par :

$$E_{ve} = \sum_{i=1}^n a_i \beta^i, \quad n = [1, 4]$$

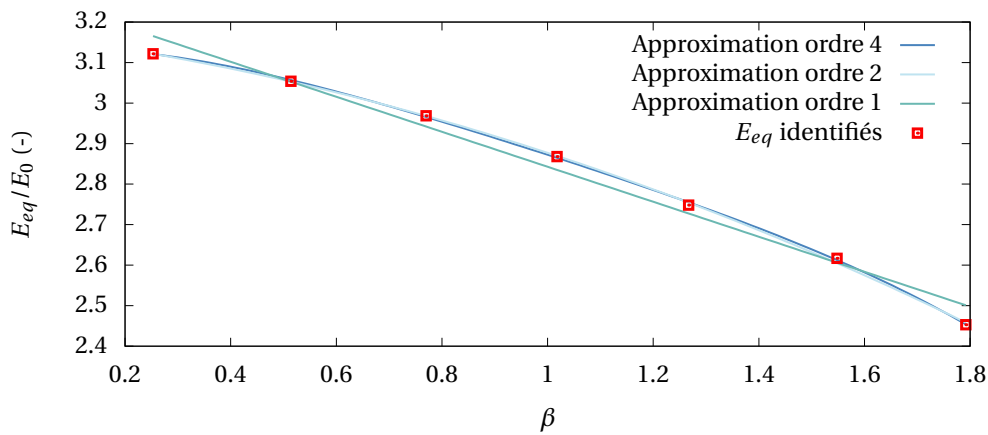


Figure 4.29 – Évolution du module équivalent du matériau E_{eq} en fonction d'une variable image de l'évolution de l'écrouissage β - éprouvette A-G1-4-0-1

Les essais de traction à rupture à différentes vitesses de sollicitation mettent en évidence un effet de la vitesse de chargement sur la réponse non linéaire du matériau. Ainsi, il semblerait que la non-linéarité du module visqueux ne soit pas suffisante pour pouvoir décrire la réponse mécanique pour plusieurs décades de vitesse. Pour modéliser ce phénomène, nous proposons d'utiliser une loi puissance d'évolution de η en fonction du taux de déformation visqueuse :

$$\eta = K \dot{\epsilon}_{ve}^{n-1}$$

avec K et n deux paramètres matériau. Cette loi rhéo-fluidifiante est une loi classique de la rhéologie des polymères fondus, voir par exemple les travaux de MARCO [Mar03].

Plasticité

Les essais TRR (figure 4.19), FRC (figures 4.14 et 4.15 page 107) et ANH (figure 4.17 page 109) montrent la présence d'une déformation non recouvrée même après de longs temps de recouvrement. Son évolution peut donc être décrite à l'aide du formalisme de plasticité indépendante du temps.

Comme LAUNAY et al. dans [Lau+13], nous commençons par vérifier si une loi d'écrouissage cinématique classique d'Armstrong-Frederick [Arm66] de la forme suivante convient :

$$\dot{X} = C \dot{\epsilon}_p - \gamma X |\dot{\epsilon}_p|$$

soit, en considérant une déformation plastique linéaire de la forme intégrée :

$$X = \frac{C}{\gamma} (1 - e^{-\gamma \epsilon_p})$$

Cette formulation relie la déformation résiduelle à une contrainte de rappel X selon une loi exponentielle à deux paramètres (γ , C). Dans le cas d'un chargement uniaxial, X équivaut simplement à la différence entre la contrainte appliquée σ et la limite élastique apparente σ_{seuil} .

Pour vérifier l'aptitude de cette loi à décrire notre matériau, nous nous basons dans une première approximation sur la formulation suivante : sur les essais TRR, nous obtenons $X = \sigma - \sigma_{seuil}$ à la fin des paliers de relaxation avec ϵ_p évaluée à la fin du palier de recouvrance. Nous obtenons ainsi un point par essai TRR. De façon similaire, nous obtenons des points issus des essais ANH et FRC avec plus d'incertitudes pour les paliers n'étant pas arrivés à stabilisation complète. La figure 4.30 montre les résultats de cette analyse pour des éprouvettes de type A-G1-4-0-1 ou A-G1-4-0-2.

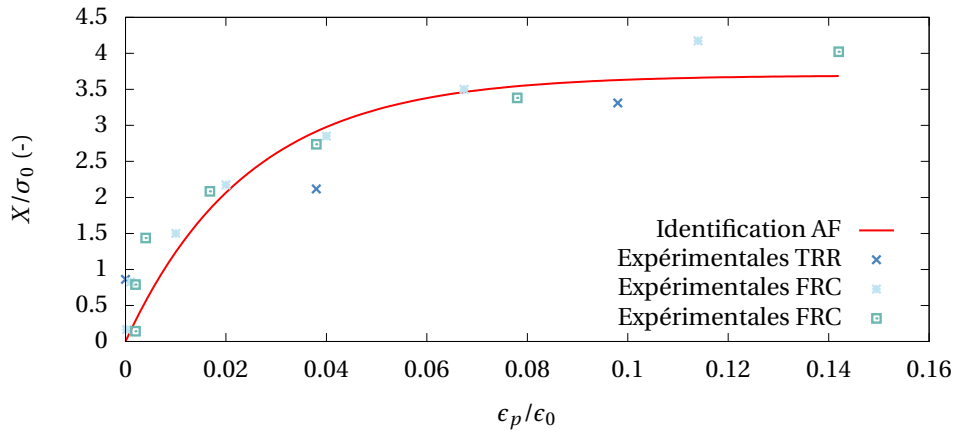


Figure 4.30 – Pré-identification de la loi d'écrouissage cinématique pour des éprouvettes de type A-G1-4-0-1 ou A-G1-4-0-2

Comme nous pouvons le voir, une loi de type Armstrong-Frederick semble en effet pouvoir décrire l'évolution de cette déformation résiduelle indépendante du temps. De plus, les paramètres obtenus par cette analyse constitueront un point de départ proche de la solution optimale obtenue après les étapes d'identification.

Suite aux observations expérimentales concernant la non-linéarité de la déformation viscoélastique et la loi d'écrouissage cinématique, nous proposons de décrire l'évolution polynomiale du module viscoélastique E_{ve} en fonction de α , la variable thermodynamique associée à l'écrouissage cinématique :

$$E_{ve} = \sum_{i=1}^n a_i \alpha^i, \quad n = [1, 4]$$

Bilan

Suite à ces observations, dans le cas uniaxial isotrope, nous proposons le modèle résumé sur la figure 4.31. Nous avons alors la partition de la déformation totale sous la forme :

$$\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_{ve} + \epsilon_p \quad (4.22)$$

avec ϵ_e la déformation élastique, ϵ_{ve} la déformation viscoélastique, ϵ_p la déformation plastique et ϵ la déformation totale.

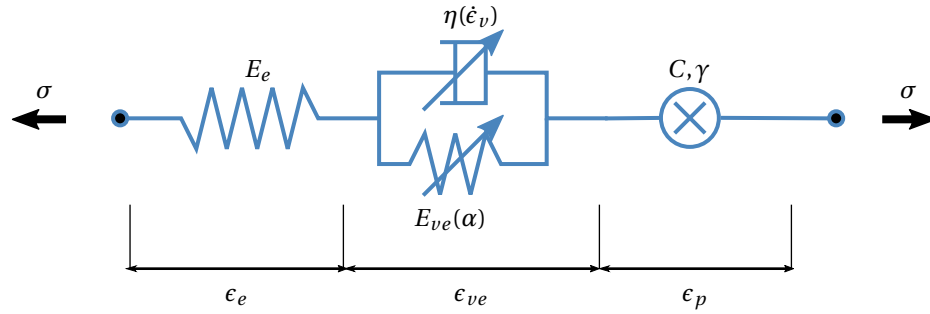


Figure 4.31 – Schéma rhéologique bilan du modèle proposé

L'évolution de la déformation élastique est définie par la loi d'Young :

$$\sigma = E_e \cdot \epsilon_e \quad (4.23)$$

avec σ la contrainte appliquée et E_e le module d'Young

L'évolution de la déformation viscoélastique est définie par :

$$\begin{cases} \dot{\epsilon}_{ve} = \frac{1}{K|\dot{\epsilon}_{ve}|^{n-1}} (\sigma - E_{ve}(\alpha) \cdot \epsilon_{ve}) \\ E_{ve} = \sum_{i=0}^n p_i \alpha^i, \quad \forall i \in \llbracket 1, 4 \rrbracket \end{cases} \quad (4.24)$$

avec $\dot{\epsilon}_{ve}$ le taux de déformation viscoélastique; K , n , $p_i \forall i \in \llbracket 1, 4 \rrbracket$, des paramètres matériaux et α la variable d'écrouissage associée à la contrainte de rappel X tel que $X = -2/3 C \alpha$.

L'évolution de la déformation plastique est définie par :

$$\begin{cases} \dot{\epsilon}_p = 0, & \text{si } f < 0 \\ \dot{\epsilon}_p = \frac{\dot{\sigma}}{C - \gamma \cdot X \text{sign}(\sigma - X)}, & \text{si } f \geq 0 \end{cases} \quad (4.25)$$

avec f le seuil d'écoulement plastique définit par :

$$f = |\sigma - X| - \sigma_y$$

où C et γ sont les paramètres matériaux de la loi d'écrouissage cinématique d'Armstrong-Frederick et σ_y un paramètre matériau représentant la limite élastique.

4.4.2 Identification du modèle proposé

Comme présenté dans le chapitre 2, pour identifier les paramètres uniaxiaux, du modèle de comportement proposé, nous nous basons sur la réponse mécanique des éprouvettes amincies prélevées à 0° et 90° qui possèdent une microstructure plus homogène que les éprouvettes complètes.

Dans cette section, nous présentons dans un premier temps la stratégie d'identification mise en place pour le modèle proposé puis les résultats obtenus.

4.4.2.1 Stratégie d'identification

Le modèle rhéologique uniaxial proposé possède huit paramètres à identifier : le module élastique E_e , les paramètres visqueux (p_0, p_1, n, K), et les paramètres plastiques (σ_y, C, γ). Vu les couplages entre les différents blocs de modélisation et le nombre de variables du problème d'optimisation, l'identification doit se faire de façon itérative. Pour cela, nous avons mis en place une identification ciblée sur la base de l'essai de Fluage Recouvrance Cyclique⁸.

Afin d'illustrer la démarche d'identification, nous prenons exemple sur l'orientation de prélèvement à 90°. Nous utilisons pour cela l'essai Fluage-Recouvrance-Cyclique présenté sur la figure 4.32.

Après avoir sélectionné un premier jeu complet de paramètres à partir de la préétude nous ayant permis de définir la loi de comportement proposée, nous initions la boucle d'identification itérative en procédant comme suit (illustrée sur la figure 4.32) :

- 1) nous commençons par identifier le module d'Young élastique sur la première charge de l'essai FRC pour une gamme de contraintes suffisamment faible pour éviter l'apparition de plasticité et où nous pouvons supposer la viscoélasticité négligeable ;
- 2) nous identifions ensuite les paramètres plastiques. Pour cela, nous émettons l'hypothèse que la déformation résiduelle observée à la fin des phases de recouvrance est le résultat de la partie plastique seule, c'est-à-dire que les potentiels effets visqueux exprimés à long terme n'influent pas sur l'évolution de la déformation « plastique » apparente. L'identification du jeu de paramètres (σ_y, C, γ) est alors réalisé par minimisation des résidus entre les déformations résiduelles expérimentales et numériques ;
- 3) les paramètres viscoélastiques sont ensuite identifiés sur l'ensemble de la réponse mécanique de l'essai FRC en minimisant les résidus entre les déformations totales expérimentales et numériques.

Étant donné que les résultats de l'étape 3) dépendent des résultats des étapes 1) et 2), une itération de cette procédure est réalisée afin de converger « naturellement » vers la solution.

4.4.2.2 Résultats d'identification

Nous appliquons cette procédure à la fois pour une éprouvette amincie prélevée à 0° (figure 4.33) et pour une éprouvette amincie prélevée à 90° (figure 4.34).

Comme nous pouvons le voir, dans les deux cas la loi de comportement proposée permet de bien décrire le comportement cyclique complexe de l'essai Fluage-Recouvrance-Cyclique avec une description légèrement moins bonne sur les plus hauts paliers de chargement pour une distribution

8. Pour mettre en place cette stratégie d'identification, nous avons commencé par générer une réponse numérique à différents types d'essais avec la loi de comportement proposé. Après avoir ajouté du bruit gaussien à ces réponses numériques, nous avons tenté de ré-identifier les paramètres utilisés lors des simulations. Cela nous a permis de mettre en place cette stratégie robuste qui possède l'avantage de n'utiliser qu'un seul essai de façon raisonnée. Précisons cependant que cette robustesse dépend en grande partie du jeu de paramètres initial pré-identifié lors de la première analyse des réponses expérimentales aux différents essais de comportement présentés dans les sections précédentes.

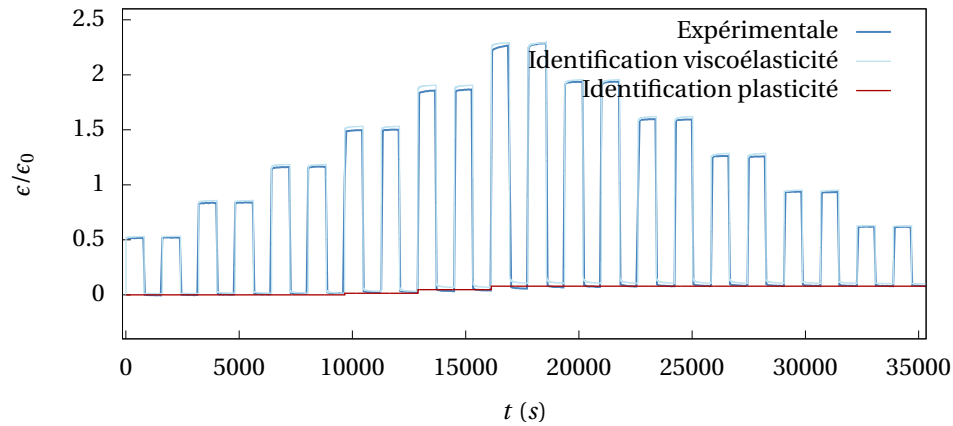


Figure 4.32 – Illustration de la démarche d'identification sur un essai FRC réalisé sur une éprouvette amincie prélevée à 90° de type A-G1-4-90-3P

d'orientation proche de 90°. Entre les résultats des deux identifications, nous pouvons constater que seuls le module élastique et le seuil de plasticité nécessitent d'être modifiés pour pouvoir décrire à la fois l'orientation de prélèvement à 0° et celle à 90°. Permettant ainsi d'avoir une première hypothèse de généralisation de la loi de comportement à une forme tridimensionnelle anisotrope.

4.4.3 Validations et bilan

Les figures 4.35 et 4.36 montrent la comparaison entre la réponse numérique du modèle et les résultats expérimentaux à un essai de type anhystérétique pour des éprouvettes amincies prélevées à 0° et à 90°. Ces essais complexes n'ayant pas servi à la phase d'identification, ils constituent un premier élément de validation de la modélisation proposée.

Nous constatons alors que la description de la réponse mécanique de l'éprouvette amincie à 0° est très satisfaisante à la fois sur les phases de charge et de décharge. Cependant, la description de la réponse mécanique de l'éprouvette amincie prélevée à 90° est légèrement moins bonne sur les plus hauts niveaux de chargement de l'essai. Cela s'explique par le fait que cette gamme d'effort soit en dehors de celle utilisée pour l'identification des paramètres, et donc qu'il s'agit ici d'une extrapolation. La réponse devenant fortement non-linéaire, il semblerait que l'identification faite uniquement sur des chargements plus faibles ne soit alors plus suffisante.

Ainsi, nous pouvons conclure que la modélisation proposée semble pertinente pour décrire le comportement cyclique du matériau A de l'étude. Il semblerait également possible de décrire la réponse mécanique de plusieurs orientations moyennes de renfort en influant uniquement sur le module élastique et sur le seuil de plasticité.

Le jeu de paramètres identifié pour la modélisation 1D permet de simuler fidèlement la réponse mécanique tant que la gamme de contraintes reste proche de celle utilisée pour l'identification.

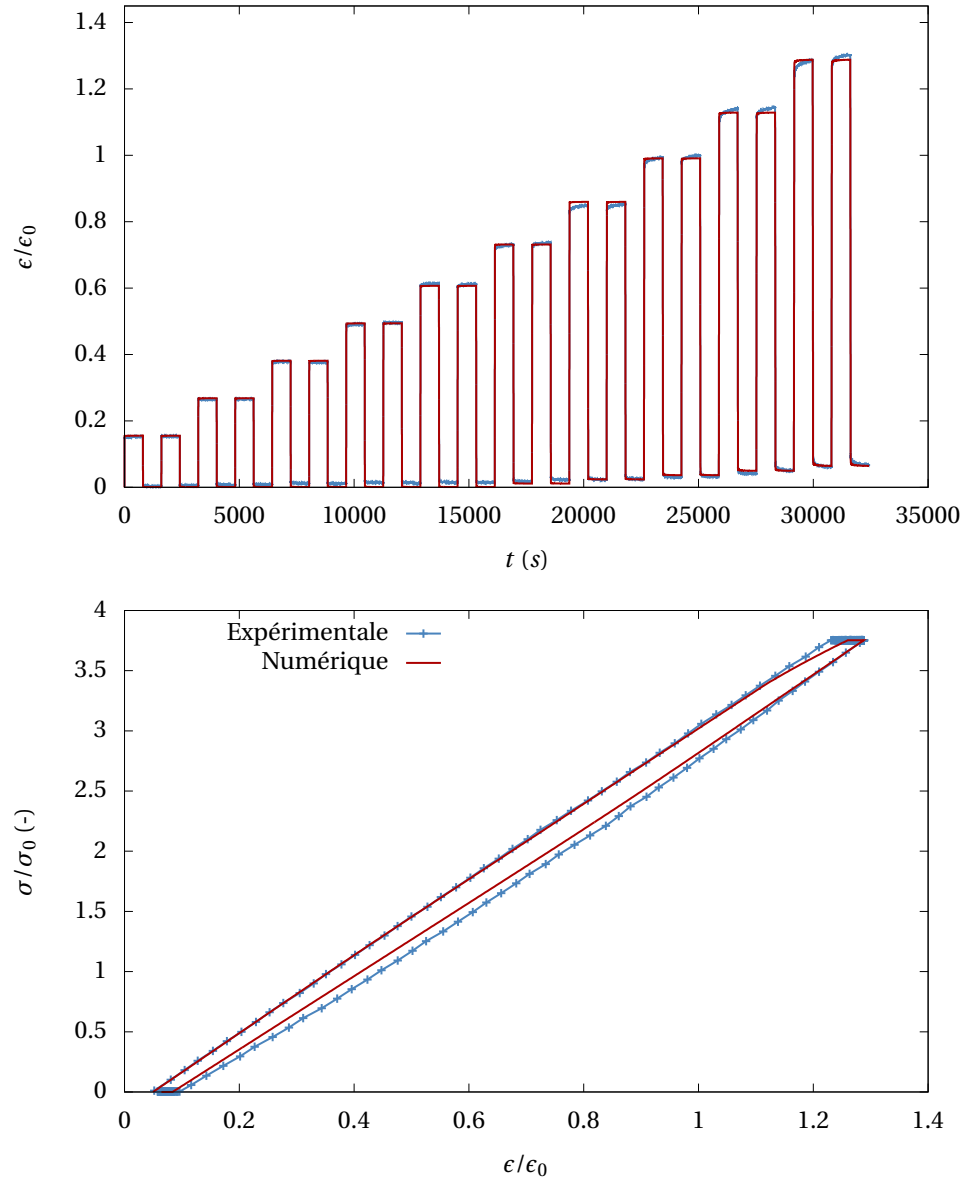


Figure 4.33 – Résultat de l'identification sur un essai FRC réalisé sur une éprouvette amincie prélevée à 0° de type A-G1-4-0-3P

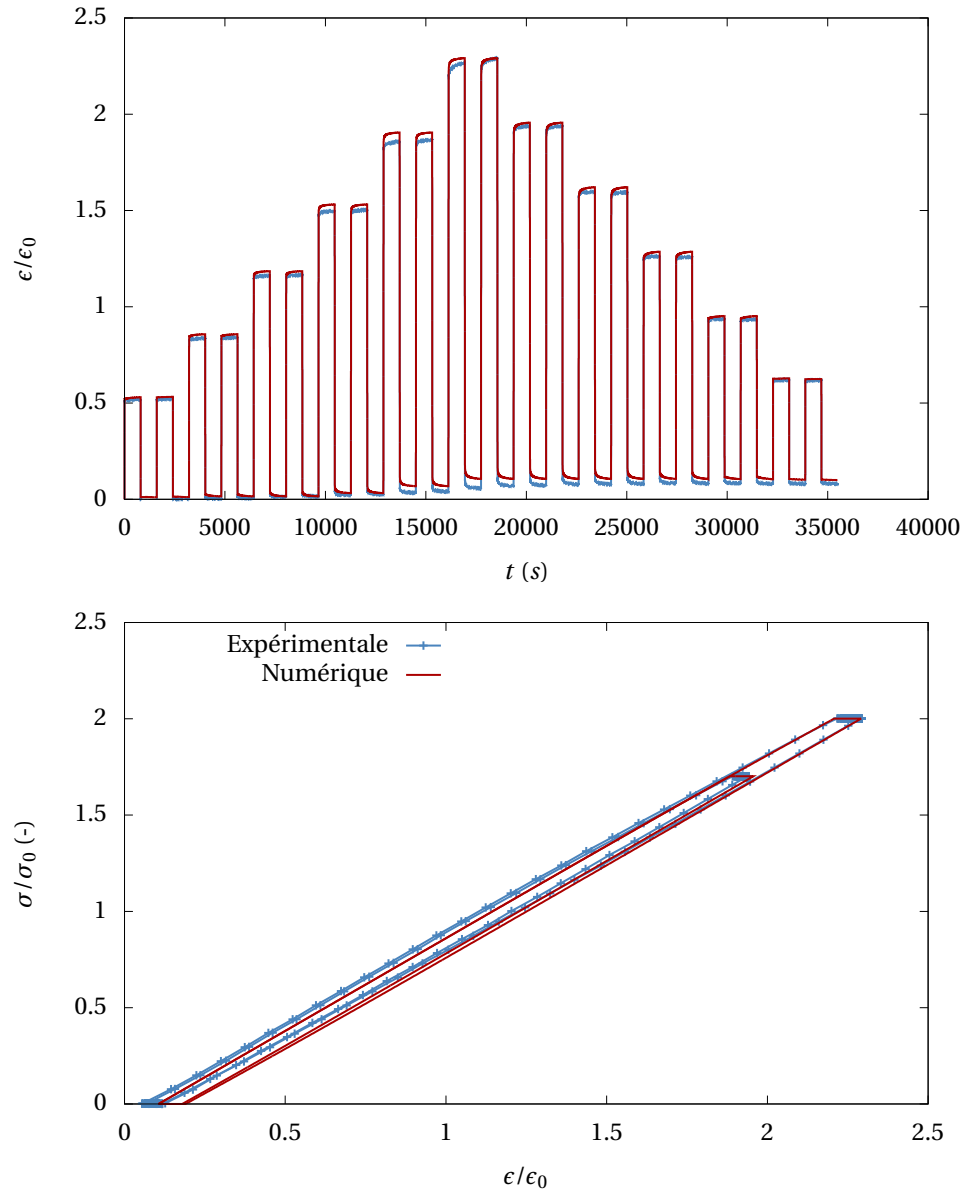


Figure 4.34 – Résultat de l'identification sur un essai FRC réalisé sur une éprouvette amincie prélevée à 90° de type A-G1-4-90-3P

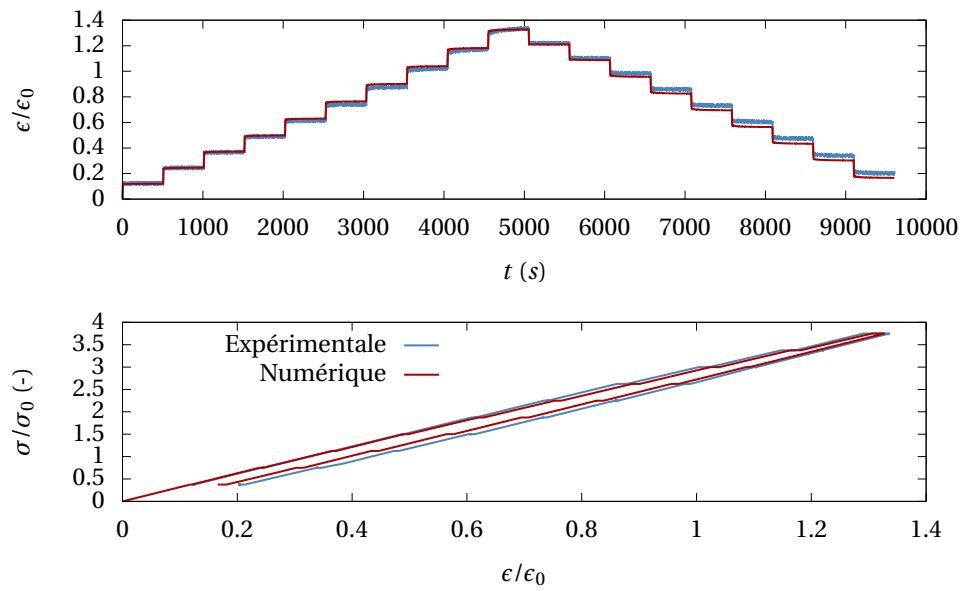


Figure 4.35 – Validation de l'identification sur un essai ANH réalisé sur une éprouvette amincie prélevée à 0° de type A-G1-4-0-3P

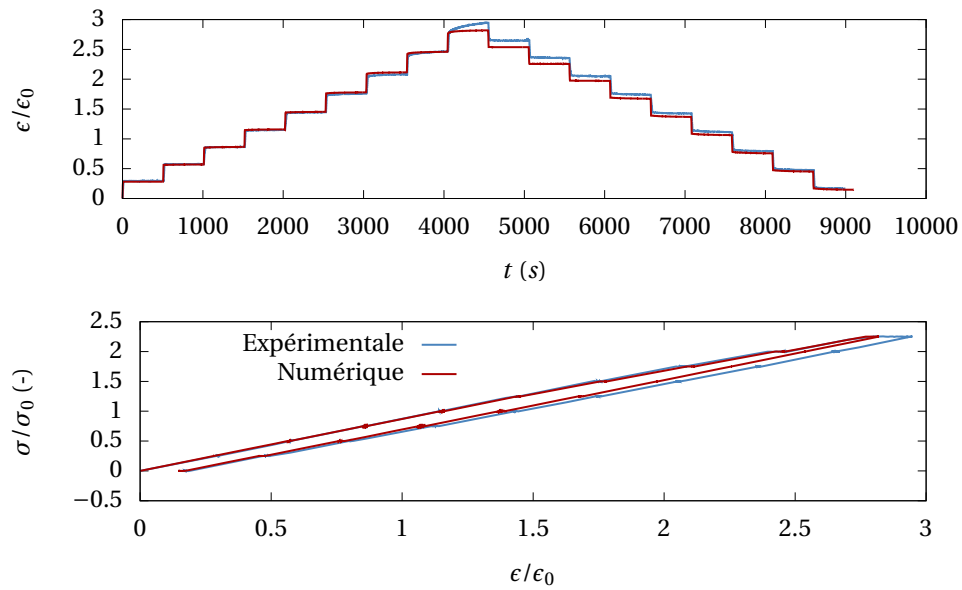


Figure 4.36 – Validation de l'identification sur un essai ANH réalisé sur une éprouvette amincie prélevée à 90° de type A-G1-4-90-3P

4.5 Intégration de l'anisotropie et modélisation 3D

Dans cette section, nous allons présenter la généralisation du modèle unidimensionnel proposé en formalisation tridimensionnelle dans le cadre des matériaux standard généralisés [Hal75]. Ensuite, nous présenterons les choix retenus pour la prise en compte de l'influence de l'anisotropie locale connaissant les tenseurs d'orientation d'ordre deux.

4.5.1 Généralisation tridimensionnelle

Nous l'exprimons dans le cadre des matériaux standard généralisés, défini par HALPHEN [Hal75]. L'état mécanique local est caractérisé par quatre variables d'état associées à leur force thermodynamique : la déformation totale $\underline{\underline{\epsilon}}$ associée à la contrainte appliquée $\underline{\underline{\sigma}}$; la déformation viscoélastique $\underline{\underline{\epsilon_{ve}}}$ associée à $\underline{\underline{A_{ve}}}$; la déformation plastique $\underline{\underline{\epsilon_p}}$ associée à $\underline{\underline{A_p}}$; la variable d'écrouissage $\underline{\underline{\alpha}}$ associée à la contrainte de rappel $\underline{\underline{X}}$. Nous pouvons alors écrire la partition de la déformation telle que :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon_e}} + \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} + \underline{\underline{\epsilon_p}} \quad (4.26)$$

avec $\underline{\underline{\epsilon_e}}$ le tenseur des déformations élastiques, non considéré comme variable d'état, mais introduit pour simplifier le travail d'un point de vue numérique.

Équations d'état

À la température de référence, l'énergie libre de Helmholtz ψ est la somme des énergies stockées relatives à chacun des mécanismes modélisés :

$$\rho\psi = \frac{1}{2} \left(\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} - \underline{\underline{\epsilon_p}} \right) : \underline{\underline{C_e}} : \left(\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} - \underline{\underline{\epsilon_p}} \right) + \frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} : \underline{\underline{C_v}} \left(\underline{\underline{\alpha}} \right) : \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} + \frac{1}{3} \underline{\underline{C_\alpha}} : \underline{\underline{\alpha}} \quad (4.27)$$

avec $\underline{\underline{C_e}}$ et $\underline{\underline{C_v}}$ les tenseurs de rigidité élastique et visqueuse d'ordre quatre. Comme nous l'avons mis en évidence dans la formulation unidirectionnelle du modèle proposé, le module viscoélastique est dépendant de la variable thermodynamique α . Nous généralisons cette dépendance en tridimensionnel par $\underline{\underline{C_v}} = \underline{\underline{C_v^0}} + J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \cdot \underline{\underline{C_v^1}}$ avec J_2 la norme de Von Mises telle que $J_2(\underline{\underline{t}}) = \sqrt{\underline{\underline{t}} : \frac{3}{2} \underline{\underline{P}} : \underline{\underline{t}}}$, $\forall \underline{\underline{t}}$ un tenseur d'ordre deux et $\underline{\underline{P}}$ le projecteur déviatorique d'ordre quatre et $\underline{\underline{C_v^0}}$ et $\underline{\underline{C_v^1}}$ des tenseurs de raideur d'ordre quatre. Comme nous pouvons le voir, nous avons choisi une dépendance polynomiale d'ordre un de $\underline{\underline{C_v}}$ par rapport à $\underline{\underline{\alpha}}$ alors que nous avons montré qu'un ordre deux donnait une meilleure approximation. Cependant, pour des raisons d'implantation numérique et d'identification de paramètres, nous avons fait le choix de la robustesse au détriment de la précision. Faire évoluer le modèle vers une prise en compte d'une dépendance d'ordre deux serait une piste d'amélioration de la description de la réponse mécanique pour d'importantes amplitudes de chargement. Ajoutons que, pour le moment, nous ne faisons pas d'hypothèse sur la forme tridimensionnelle des tenseurs de rigidité (isotrope ou anisotrope).

Les forces thermodynamiques sont obtenues par dérivation partielle de l'énergie libre de Helmholtz par rapport à leur variable d'état respective. Nous obtenons ainsi :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}} = \underline{\underline{C_e}} : \left(\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} - \underline{\underline{\epsilon_p}} \right) \quad (4.28)$$

$$\underline{\underline{A_v}} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon_{ve}}}} = \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{C_v}} \left(\underline{\underline{\alpha}} \right) : \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} \quad (4.29)$$

$$\underline{\underline{A_p}} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon_p}}} = \underline{\underline{\sigma}} \quad (4.30)$$

$$\underline{\underline{X}} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} = -\frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}} - \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \left[\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} : \underline{\underline{C_v}}(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon_{ve}}} \right] \quad (4.31)$$

L'équation d'état de $\underline{\underline{X}}$ peut être simplifiée en négligeant le second terme comme nous le montrons dans l'annexe A page 189. Ainsi, nous avons :

$$\underline{\underline{X}} \simeq -\frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}} \quad (4.32)$$

Équations d'évolution

Pour compléter la description du comportement de notre matériau, nous devons définir un potentiel de dissipation ϕ^* respectant les principes de la thermodynamique (convexe et minimum en 0). En suivant l'approche proposée par **chaboche1997** [**chaboche1997**], nous décomposons notre potentiel en deux contributions plastique Ω_p et visqueuse Ω_v tel que :

$$\phi^* = \Omega_p + \Omega_v \quad (4.33)$$

Le potentiel plastique est sous la forme :

$$\Omega_p = J_p \left(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}} \right) - \sigma_y + \frac{3}{4} \frac{\gamma}{C} \underline{\underline{X}} : \underline{\underline{X}} \quad (4.34)$$

avec $J_p(\underline{\underline{t}}) = \sqrt{\underline{\underline{t}} : \underline{\underline{H}} : \underline{\underline{t}}}$, $\forall \underline{\underline{t}}$ un tenseur d'ordre deux et avec $\underline{\underline{H}}$ le tenseur anisotrope de Hill qui, dans le cas isotrope, est construit de façon à ce que J_p soit équivalente à la norme usuelle de Von Mises.

Le potentiel visqueux est sous la forme :

$$\Omega_v = \frac{1}{2} \underline{\underline{A_v}} : \underline{\underline{V}}(\underline{\underline{\dot{\epsilon}_{ve}}})^{-1} : \underline{\underline{A_v}} \quad (4.35)$$

avec $\underline{\underline{V}}$ un tenseur visqueux d'ordre quatre dépendant du taux de déformation viscoélastique $\underline{\underline{\dot{\epsilon}_{ve}}}$. En postulant ces deux potentiels, nous nous assurons que le potentiel dual de dissipation ϕ^* respecte bien les principes de la thermodynamique des milieux continus.

Nous pouvons alors déduire les équations d'évolution à partir de ces potentiels :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}_p}} = \dot{\lambda}_p \frac{\partial \Omega_p}{\partial \underline{\underline{A_p}}} + \dot{\lambda}_v \frac{\partial \Omega_v}{\partial \underline{\underline{A_p}}} \quad (4.36)$$

$$\underline{\underline{\dot{\alpha}}} = \dot{\lambda}_p \frac{\partial \Omega_p}{\partial \underline{\underline{X}}} + \dot{\lambda}_v \frac{\partial \Omega_v}{\partial \underline{\underline{X}}} \quad (4.37)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}_{ve}}} = \dot{\lambda}_p \frac{\partial \Omega_p}{\partial \underline{\underline{A_v}}} + \dot{\lambda}_v \frac{\partial \Omega_v}{\partial \underline{\underline{A_v}}} \quad (4.38)$$

avec $\dot{\lambda}_p$ et $\dot{\lambda}_v$ sont les multiplicateurs de Lagrange. Dans le cas d'une plasticité indépendante du temps, le multiplicateur plastique est déterminé par la condition de cohérence d'écoulement plastique $f = \dot{f} = 0$ qui conduit à $\dot{\lambda}_p = \dot{p}$ [Lem09] avec p tel que :

$$\dot{p} = \sqrt{\underline{\underline{\dot{\epsilon}_p}} : \underline{\underline{H}}^{-1} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}_p}}}$$

Le multiplicateur visqueux est choisi égal à 1 [chaboche1997].

Nous avons alors :

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_p = \dot{p} \frac{\mathbf{H} : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}{J_p(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})} \quad (4.39)$$

$$\dot{\underline{\underline{\alpha}}} = -\dot{p} \left(\frac{\mathbf{H} : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}{J_p(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})} - \frac{3}{2} \frac{\gamma}{C} \frac{\underline{\underline{X}}}{\underline{\underline{\sigma}}} \right) \quad (4.40)$$

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve} = \mathbf{V}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve})^{-1} : \underline{\underline{A}}_v \quad (4.41)$$

En considérant le tenseur visqueux d'ordre quatre isotrope et déviatorique, nous avons :

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve} = \frac{3}{2} \frac{1}{\eta(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve})} \text{dev}(\underline{\underline{A}}_v) \quad (4.42)$$

avec $\eta(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve}) = K \cdot J_2(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{ve})^{n-1}$

Nous avons au bilan $\mathbf{C}_v$ et $\mathbf{C}_e$ deux tenseurs de rigidité matériau d'ordre quatre; K et n deux scalaires matériau représentant la variation de η en fonction de la vitesse de sollicitation; C , γ et σ_y trois scalaires matériau représentant l'évolution l'évolution de l'écrouissage cinématique de type Armstrong-Frederick.

4.5.2 Dépendance des paramètres à l'anisotropie

Dans cette section, nous détaillons la façon dont l'anisotropie est considérée dans les différentes parties de notre loi de comportement pour chacun des trois blocs de modélisation.

Élasticité

Comme nous l'avons présenté dans l'état de l'art section 4.1.2.1.1 page 93, nous adoptons le schéma d'homogénéisation en deux étapes. Dans une première étape, nous regroupons le composite anisotrope en plusieurs sous-ensembles de phases unidirectionnelles dont sont extraites les propriétés de raideurs calculées à partir du schéma d'homogénéisation de Mori-Tanaka.

Puis nous pondérons ses propriétés macroscopiques à partir des tenseurs d'orientations d'ordre deux comme proposé par TANDON, ADVANI et *al.* [Tan84; Adv87] :

$$\mathbf{C}^{\text{eff}} = K_1 \mathbf{A}^\psi + K_2 \left(\underline{\underline{a}}^\psi \otimes \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{I}} \otimes \underline{\underline{a}}^\psi \right) + K_3 \mathbf{D} \left(\underline{\underline{a}}^\psi, \underline{\underline{I}} \right) + K_4 \mathbf{K} + 2K_5 \mathbf{I} \quad (4.43)$$

avec,

$$\begin{aligned} K_1 &= C_{1111}^{\text{UD}} - 2C_{1122}^{\text{UD}} + C_{2233}^{\text{UD}} - 4C_{1212}^{\text{UD}} + 2C_{2323}^{\text{UD}} \\ K_2 &= C_{1122}^{\text{UD}} - C_{2233}^{\text{UD}} \\ K_3 &= C_{1212}^{\text{UD}} - C_{2323}^{\text{UD}} \\ K_4 &= C_{2233}^{\text{UD}} \\ K_5 &= C_{2323}^{\text{UD}} \end{aligned} \quad (4.44)$$

Pour exprimer $\mathbf{A}^\psi$ en fonction de $\underline{\underline{a}}^\psi$, nous avons choisi d'utiliser l'équation de fermeture orthotrope ajustée présentée section 2.1.2.2.1 page 24. En effet, nous nous basons sur les résultats de LAUNAY qui montrent que l'équation de fermeture ORF donne les meilleurs résultats pour une microstructure analytique test [Lau11].

À titre d'illustration, nous traçons sur la figure 4.37 l'évolution de la composante $\mathbf{C}_{11}^{\text{eff}}$ obtenue avec ce schéma d'homogénéisation de l'angle d'orientation idéalisé des fibres.

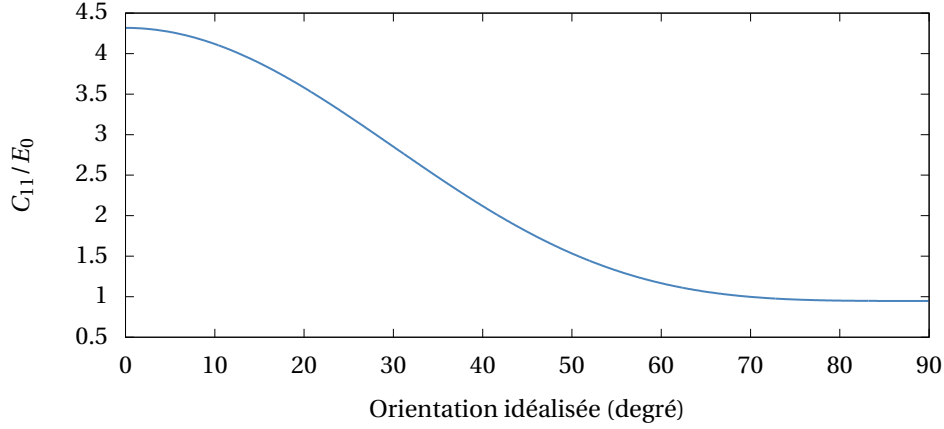


Figure 4.37 – Évolution de C_{11} en fonction de l'angle d'orientation idéalisé pour le schéma d'homogénéisation en deux étapes utilisé avec équation de fermeture ORF

Plasticité

Comme présenté dans l'état de l'art section 4.1.2.1.4, nous nous basons sur les travaux de HILL [Hil48] qui propose l'utilisation du tenseur $\mathbf{H}$ anisotrope lors du calcul de la norme plastique (prise en compte de l'anisotropie du seuil en fonction de l'orientation principale des fibres) et de l'écrouissage cinématique (voir équation 4.40 page précédente). Nous choisissons d'utiliser la formulation proposée par LAUNAY [Lau11] :

$$\mathbf{H}^{\text{Lau}} = \begin{pmatrix} (1-a_1)^k & \bar{H}_{1122} & \bar{H}_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{H}_{1122} & (1-a_2)^k & \bar{H}_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{H}_{1133} & \bar{H}_{2233} & (1-a_3)^k & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & (\frac{2}{3})^{k-1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & (\frac{2}{3})^{k-1} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & (\frac{2}{3})^{k-1} \end{pmatrix} \quad (4.45)$$

avec $\bar{H}_{1122} = 1/2((1-a_3)^k - (1-a_2)^k - (1-a_1)^k)$, et de même pour $\bar{H}_{1133}$ et $\bar{H}_{2233}$ par permutation circulaire. Les a_i , $\forall i \in [1,3]$ représentent les valeurs propres du tenseur d'orientation d'ordre deux $\underline{\underline{a}}^\psi$. Ce tenseur respecte la symétrie, est défini positif et est équivalent à la norme de Von Mises dans le cas d'une distribution isotrope. De plus, LAUNAY montre que cette formulation convient pour décrire

l'anisotropie de la partie viscoplastique et de l'écroutissage cinématique d'un polyamide 66 renforcé en fibres de verre courtes. Cette formulation possède également l'avantage de n'ajouter qu'un seul paramètre matériau k .

Viscoélasticité

Les résultats d'identification du modèle uniaxial présentés montrent que les paramètres de viscosité obtenus pour une orientation moyenne proche de 0° permettent aussi de simuler la réponse viscoélastique d'une orientation moyenne proche de 90° . En effet, la viscosité η semble totalement indépendante de l'orientation moyenne des renforts, et le module d'Young viscoélastique dépend de l'écroutissage cinématique. Celui-ci dépendant du seuil de plasticité, alors l'actualisation du seuil de plasticité en fonction de l'orientation moyenne des fibres semblerait suffire à créer la dépendance du module d'Young viscoélastique à la microstructure.

4.5.3 Prédiction de la dissipation

La prédiction de la dissipation intrinsèque de notre matériau est un des objectifs premiers de notre loi de comportement. En effet, comme nous le verrons dans le chapitre suivant, cette prédiction sera directement liée à la prédiction de la durée de vie en fatigue de nos structures.

Pour cela, nous partons de la forme locale de l'équation de la chaleur exprimée à partir des principes de conservation de l'énergie [Lem09] :

$$\rho c_p \dot{T} + \text{div}(\underline{q}) = \mathcal{D}_I + r + \mathcal{C}_{te} + \mathcal{C}_{tm} \quad (4.46)$$

avec ρ la densité, c_p la capacité calorifique à pression constante, T la température, $\underline{q}$ le flux thermique, $\mathcal{D}_I$ la dissipation intrinsèque instantanée qui, pour notre loi de comportement, prend la forme suivante :

$$\mathcal{D}_I = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p - \underline{\underline{X}} : \underline{\underline{\dot{\alpha}}} - \underline{\underline{A_v}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{ve} \quad (4.47)$$

r la source externe de chaleur, $\mathcal{C}_{te}$ le couplage thermo-élastique tel que :

$$\mathcal{C}_{te} = \rho T \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial T} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_e \quad (4.48)$$

$\mathcal{C}_{tm}$ le couplage thermique lié aux autres variables thermodynamiques :

$$\mathcal{C}_{tm} = \rho T \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial T} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p + \rho T \frac{\partial \underline{\underline{X}}}{\partial T} : \underline{\underline{\dot{\alpha}}} + \rho T \frac{\partial \underline{\underline{A_v}}}{\partial T} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_v \quad (4.49)$$

Le calcul de la dissipation $\mathcal{D}_I$ nous intéresse uniquement dans le cadre d'étude présenté au chapitre 3 afin de comparer les simulations à nos résultats expérimentaux. Dans ce cas, nous résolvons cette équation de la chaleur 4.46 durant le régime transitoire, pour de faibles élévations de température et dans des conditions expérimentales nous permettant d'affirmer que les sources externes de chaleur r sont indépendantes du temps et pour un chargement cyclique de période $\mathcal{T}$. Nous pouvons alors estimer la dissipation intrinsèque moyenne Δ^* du cycle n de la façon suivante :

$$\Delta^* = \frac{1}{\mathcal{T}} \int_{t_n - \mathcal{T}/2}^{t_n + \mathcal{T}/2} \mathcal{D}_I(t) dt \quad (4.50)$$

4.5.4 Identification tridimensionnelle anisotrope

Le modèle tridimensionnel reprend les paramètres unidirectionnels plastiques et viscoélastiques précédemment identifiés. L'identification tridimensionnelle anisotrope est alors principalement liée à l'identification des paramètres élastiques (le module élastique et le coefficient de poisson des fibres (E_f, ν_f) , le module élastique et le coefficient de poisson de la matrice (E_m, ν_m) , le facteur de forme des fibres f , et le taux massique des fibres τ_m) utilisés dans la démarche du schéma d'homogénéisation en deux étapes. En effet, nous avons montré que la prise en compte de l'anisotropie, dans le cadre des hypothèses effectuées dans cette étude, n'ajoute pas de paramètre matériau supplémentaire hormis le paramètre k utilisé dans l'expression du tenseur de Hill utilisé.

Pour réaliser cette identification, nous nous basons sur les calculs numériques⁹ de traction à rupture réalisés sur les éprouvettes complètes de géométrie G2, de 3 mm d'épaisseur, prélevées à 0°, 45° et 90°. Ces résultats numériques sont comparés aux résultats expérimentaux obtenus sur le même type d'éprouvette.

Contrairement aux essais expérimentaux présentés précédemment, les déformations ont été acquises à partir de jauge de déformation et reliées à la contrainte nominale de la section avant déformation. Afin de nous placer dans les mêmes conditions, nous comparons la réponse en déformation expérimentale à la réponse en déformation numérique mesurée en peau, à l'endroit où sont placées les jauges de déformation.

Pour réaliser le calcul numérique, nous prenons également la précaution d'utiliser la microstructure réelle mesurée sur une coupe de l'éprouvette. Nous considérons alors cette microstructure constante sur toute sa longueur.

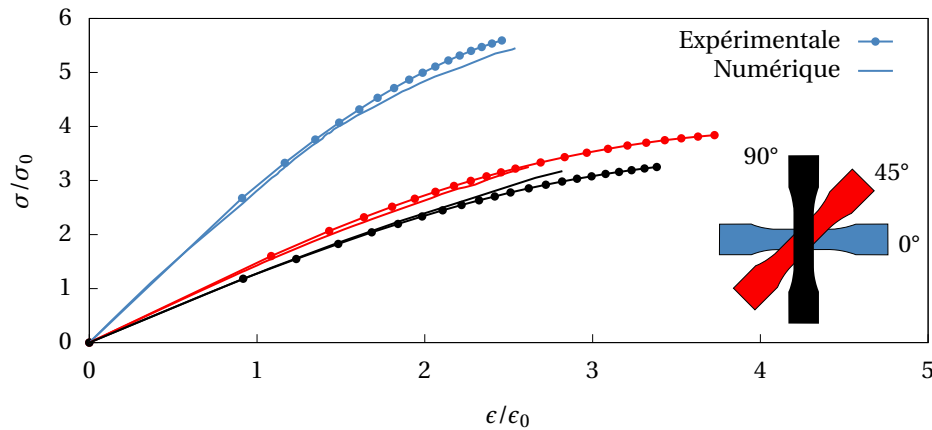


Figure 4.38 – Résultats de l'identification tridimensionnelle du modèle proposé. Comparaison entre les réponses numériques et expérimentales d'éprouvettes de type A-G2-3-0-[1-2-3] soumises à une traction à rupture.

Pour initialiser la procédure d'identification, nous partons des paramètres élastiques matériaux fournisseur. Ensuite, nous avons réalisé une préétude de sensibilité des paramètres. Les facteurs possédant les plus fortes influences se classent comme tels : le module d'élasticité et coefficient de poisson de la matrice, puis le facteur de forme et ensuite le module d'élasticité des fibres. Afin d'ajuster ces paramètres, nous réalisons un plan d'expérience nous permettant de trouver efficacement le jeu

9. Les calculs numériques sont réalisés sous Abaqus avec une UMAT développée pour la loi de comportement proposée.

de paramètres minimisant l'erreur. Une fois les paramètres élastiques ainsi ajustés, nous déterminons le paramètre plastique anisotrope k sur l'ensemble de la réponse mécanique.

Nous arrivons finalement à la description numérique de la réponse mécanique à un essai de traction à rupture présentée sur la figure 4.38 pour les orientations de prélèvement 0° , 45° et 90° . Nous pouvons constater que dans le cadre d'un essai de traction à rupture, la modélisation et les hypothèses d'anisotropie réalisées permettent de décrire la réponse mécanique de façon très satisfaisante. Sur les plus hauts niveaux d'efforts, nous constatons un écart grandissant entre la réponse expérimentale et numérique. Cela s'explique par le fait qu'à de tels niveaux de chargements, nous sortons de la gamme d'effort ayant servi à l'identification des paramètres plastiques et viscoélastiques.

4.6 Validations

Dans cette section, nous présentons différents cas de validation de la loi de comportement développée. Dans un premier temps, nous proposons plusieurs exemples de corrélation essais/calculs de champs de réponses mécaniques dans différentes situations. Ensuite, nous proposons une validation de la simulation de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle pour les conditions expérimentales des essais d'auto-échauffement présentés dans le chapitre 3.

4.6.1 Réponse mécanique

Dans cette section, nous présentons un ensemble de résultats sous forme de comparaison entre les champs de déplacements numériques et expérimentaux pour une sollicitation donnée.

Nous ne rentrerons pas dans les détails des calculs numériques dans ce manuscrit. En effet, ils sont réalisés par une UMAT Abaqus générée dans le cadre d'un contrat annexe à cette thèse, à partir de loi de comportement tridimensionnelle anisotrope présentée dans les sections précédentes. Cependant, pour l'ensemble des résultats présentés, nous utilisons les microstructures réelles déterminées dans le chapitre 2 en les considérant constantes dans toute la longueur de l'éprouvette. Les essais sont pilotés en effort, de façon analogue aux résultats expérimentaux présentés avec un encastrement de l'éprouvette au niveau des mors.

Comme présenté dans le paragraphe 4.2.1.2.1 page 99, les champs de déplacement expérimentaux sont obtenus par corrélation d'images. Ils sont alors comparés aux champs de déplacement numérique en peau, obtenus pour un même instant de chargement (même niveau d'effort appliqué dans les mors et même histoire de chargement). La zone de traitement par corrélation d'images étant réduite par rapport à celle prédite numériquement, nous devons recaler les origines des champs de déplacements. Pour cela, nous plaçons les origines aux centres de la zone utile en réalisant l'opération :

$$u^{\text{recalé}} = u - u^{\text{offset}} \quad (4.51)$$

avec $u^{\text{recalé}}$ le déplacement en chaque pixel de l'image après recalage, u le déplacement en chaque pixel originel et u^{offset} le déplacement offset défini tel que :

$$u^{\text{offset}} = u_{\text{num}}^{\text{centre}} - u_{\text{exp}}^{\text{centre}} \quad (4.52)$$

avec $u_{\text{num}}^{\text{centre}}$ et $u_{\text{exp}}^{\text{centre}}$ respectivement le déplacement moyen pour un petit groupe de pixels au centre de la zone utile des champs de déplacements numériques et expérimentaux (voir figure 4.39a). Cependant, pour les éprouvettes amincies percées, nous utilisons le trou pour recaler les images et re-centrons les déplacements au niveau du point présenté sur la figure 4.39b.

Une solution plus appropriée serait de directement utiliser les résultats de corrélation d'images comme condition aux limites dans le calcul numérique. Nous n'avons pas eu le temps de le mettre en place pour le moment et cela constitue une perspective d'amélioration de la corrélation essais/calculs.

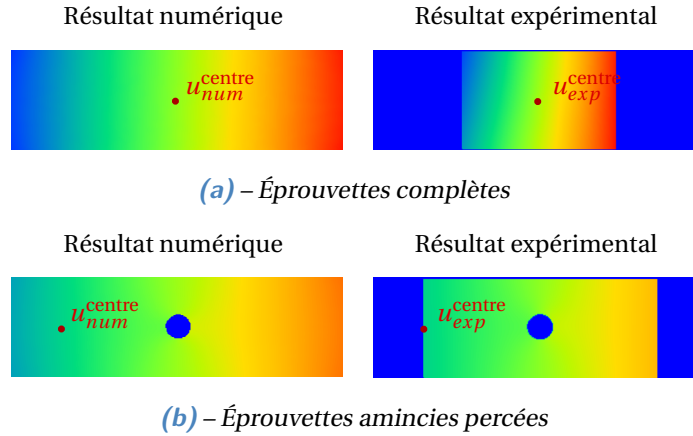


Figure 4.39 – Recalage des origines des déplacements pour les deux configurations étudiées : éprouvettes complètes et éprouvettes amincies percées.

Une fois les champs de déplacement recalés, nous proposons de quantifier les différences entre les résultats expérimentaux et numériques en définissant, pixel à pixel, une erreur relative¹⁰ telle que :

$$\text{err}_u = \frac{\text{abs}(u_{\text{num}} - u_{\text{exp}})}{\max(u_{\text{exp}}) - \min(u_{\text{exp}})} \quad (4.53)$$

Nous obtenons ainsi des champs d'erreur dite relative nous informant sur les zones d'écart important entre les résultats numériques et expérimentaux. Afin de simplifier cette visualisation, nous proposons également une représentation des occurrences des erreurs sous forme d'histogramme.

4.6.1.1 Éprouvettes complètes

En première validation, nous proposons la comparaison de champs de déplacement obtenus sur des essais de traction à rupture menés sur une éprouvette complète prélevée à 0° de type A-G1-4-0-1 (figure 4.40) et sur une éprouvette complète prélevée à 90° de type A-G1-4-90-1 (figure 4.41) aux champs de déplacements obtenus numériquement.

La figure 4.40 compare les champs de déplacement suivant x , c'est-à-dire dans le sens de la sollicitation mécanique, et y , c'est-à-dire dans le sens transverse à la sollicitation mécanique, pour une contrainte nominale de $\sigma/\sigma_0 = 5.3$ pour l'éprouvette complète prélevée à 0°. Nous sommes ainsi quelques instants avant la rupture de l'éprouvette nous assurant que les blocs viscoélastique et plastique s'expriment.

Comme nous pouvons le constater sur les champs et histogrammes d'erreurs relatives, la corrélation essais/calculs est très satisfaisante avec une erreur majoritairement inférieure à 10%. Nous

10. Pour pouvoir réaliser ce calcul d'erreur, nous devons posséder les valeurs numériques et expérimentales en des points comparables. Pour cela, nous créons une nouvelle grille de donnée sur la quelle nous interpolons linéairement les valeurs numériques et expérimentales. Cette grille de donnée possède moins de point que la grille expérimentale mais légèrement plus que la grille numérique, notamment pour le cas d'étude des éprouvettes percées.

constatons également que les bandes d'erreurs ne suivent pas une orientation microstructurale idéalisée. Nous pouvons alors supposer que l'essentiel de l'erreur ici révélée serait dû à une connaissance insuffisamment fine de la microstructure.

La figure 4.41 compare les champs de déplacement suivant x , c'est-à-dire dans le sens de la sollicitation mécanique, et y , c'est-à-dire dans le sens transverse à la sollicitation mécanique, pour une contrainte nominale de $\bar{\sigma}/\sigma_0 = 1.9$ pour l'éprouvette complète prélevée à 90° . Nous sommes ainsi quelques instants avant la rupture de l'éprouvette nous assurant que les blocs viscoélastique et plastique s'expriment.

Comme nous pouvons le constater sur les champs et histogrammes d'erreurs relatives, la corrélation essais/calculs donne des résultats similaires à ceux obtenus avec l'éprouvette complète prélevée à 0° . Nous retrouvons cependant une erreur transversale supérieure qui s'explique par une forme de champ de déplacement u_y dépendant d'une microstructure réelle différente de celle utilisée pour le calcul numérique. La corrélation essais/calculs est toutefois très satisfaisante.

4.6.1.2 Éprouvettes amincies percées

Afin d'inclure des chargements complexes pour vérifier les hypothèses de généralisation tridimensionnelle du modèle, nous proposons la comparaison de champs de déplacement obtenus sur des essais de traction à rupture menés sur une éprouvette amincie percée prélevée à 0° de type A-G1-4-0-2P (figure 4.42) et sur une éprouvette amincie percée prélevée à 90° de type A-G1-4-90-3P (figure 4.43). Les éprouvettes sont amincies suivant le procédé présenté dans le chapitre 2, section 2.4.3 puis percées au centre de la zone utile à un diamètre contrôlé de 3 mm .

La figure 4.42 montre les résultats obtenus pour l'éprouvette prélevée à 0° pour une contrainte nominale¹¹ de sollicitation $\sigma/\sigma_0 = 3.25$. Comme nous pouvons le voir, la corrélation essais/calculs du champ de déplacement u_x est très satisfaisante avec une erreur majoritairement inférieure à 5%. La déformation transversale est elle aussi bien estimée par la simulation numérique, mais montre cependant un « cône de réaction » aux abords du trou sous-estimé par rapport aux résultats expérimentaux. Notons toutefois que l'erreur relative reste inférieure à 20%.

La figure 4.43 montre les résultats obtenus pour l'éprouvette prélevée à 90° pour une contrainte nominale de $\sigma/\sigma_0 = 2$. Comme nous pouvons le voir, la corrélation essais/calculs du champ de déplacement u_x est très satisfaisante avec une erreur majoritairement inférieure à 5% de façon similaire à l'éprouvette percée prélevée à 0° . Cependant, l'estimation de la déformation transversale est moins bonne avec une erreur relative moyenne de l'ordre de 20%. L'observation du champ d'erreurs relatives de u_y semble montrer que dans ce cas, les déformations transverses sont sous-estimées d'un facteur constant, laissant à penser qu'il s'agit d'une mauvaise estimation de la déformation élastique. Ce résultat est confirmé en observant les champs de déplacement pour un niveau de chargement très faible dans le cas particulier de cette éprouvette amincie percée.

4.6.1.3 Bilan

L'étude des différents champs de déplacement pour différentes orientations et avec la présence de chargements complexes dans le cas des éprouvettes amincies percées montre que le modèle permet de décrire de façon très satisfaisante la réponse mécanique pour une éprouvette ayant une orientation de prélèvement proche de 0° . Les petites divergences essais/calculs semblant alors provenir

11. Pour l'étude des éprouvettes percées, nous considérons la contrainte nominale pour de la section équivalente non percée avant déformation.

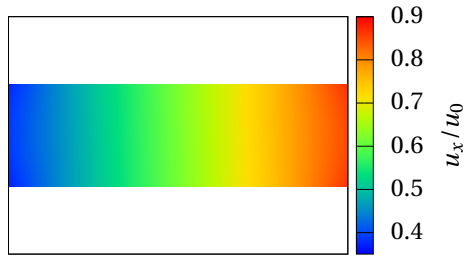
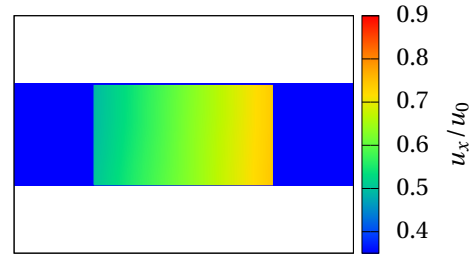
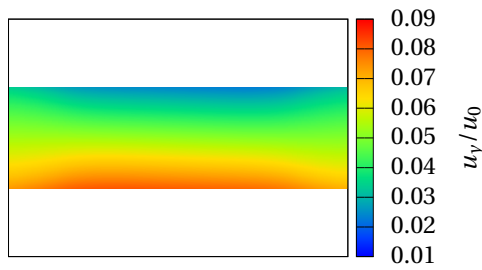
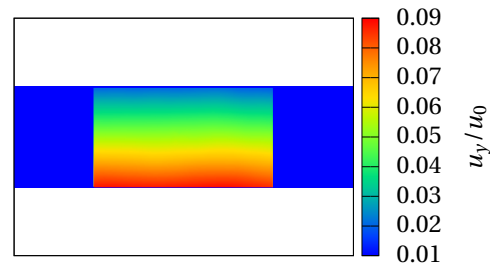
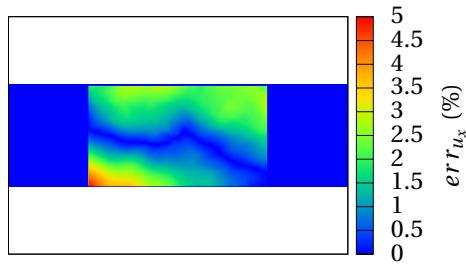
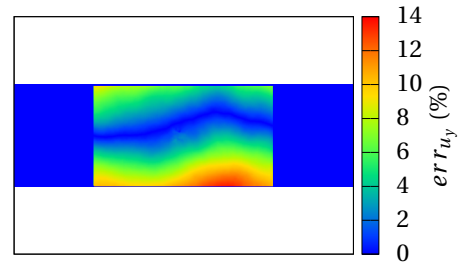
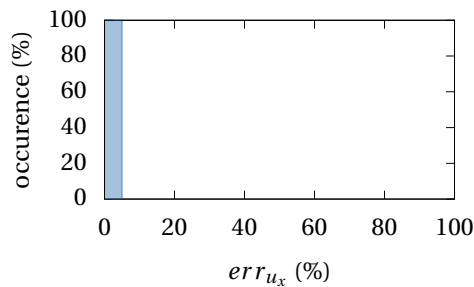
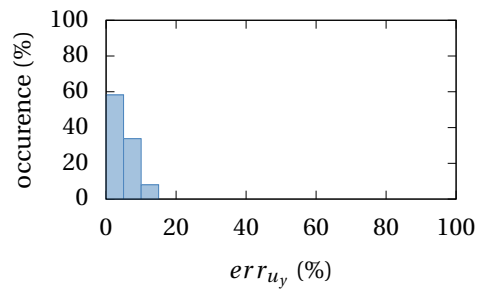
(a) – Champ de déplacements u_x numérique(b) – Champ de déplacements u_x expérimental(c) – Champ de déplacements u_y numérique(d) – Champ de déplacements u_y expérimental(e) – Champ d'erreurs relatives u_x (f) – Champ d'erreurs relatives u_y (g) – Histogramme d'erreurs relatives u_x (h) – Histogramme d'erreurs relatives u_y

Figure 4.40 – Corrélation essais/calculs. Éprouvette complète prélevée à 0° . Comparaison des champs de déplacement pour un effort de $\sigma/\sigma_0 = 5.3$.

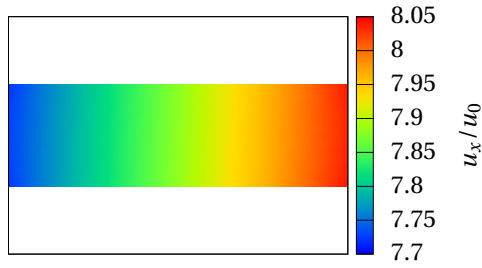
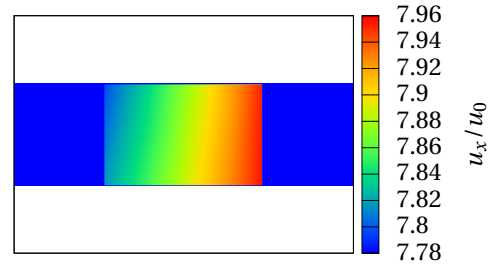
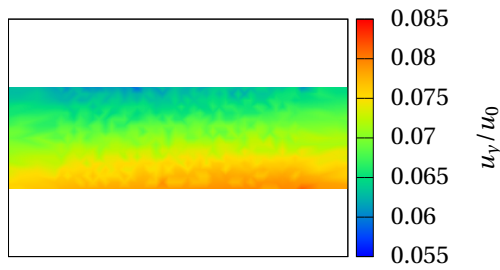
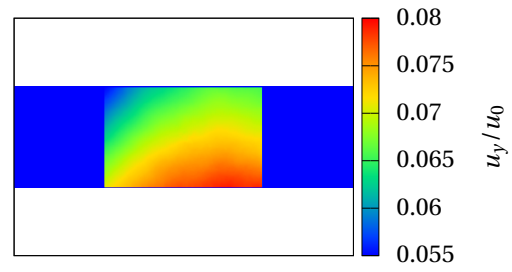
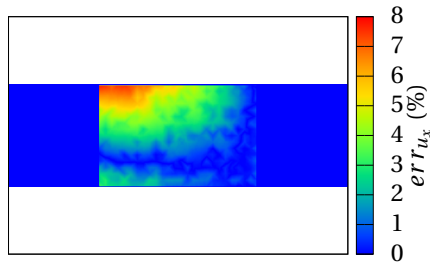
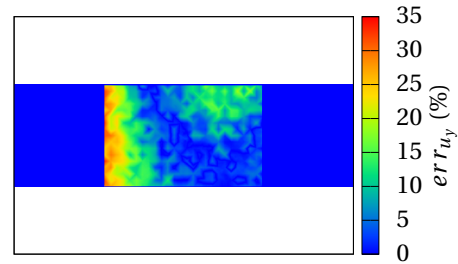
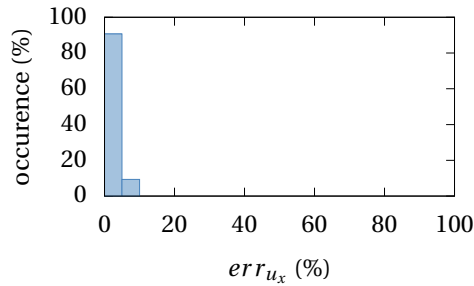
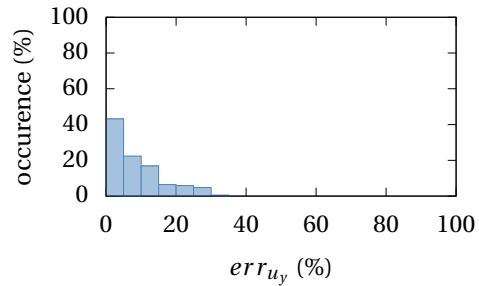
(a) – Champ de déplacements u_x numérique(b) – Champ de déplacements u_x expérimental(c) – Champ de déplacements u_y numérique(d) – Champ de déplacements u_y expérimental(e) – Champ d'erreurs relatives u_x (f) – Champ d'erreurs relatives u_y (g) – Histogramme d'erreurs relatives u_x (h) – Histogramme d'erreurs relatives u_y

Figure 4.41 – Corrélation essais/calculs. Éprouvette complète prélevée à 90°. Comparaison des champs de déplacement pour un effort de $\sigma/\sigma_0 = 1.9$.

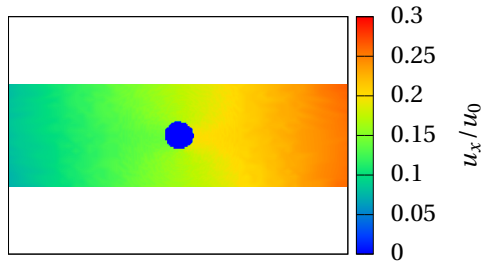
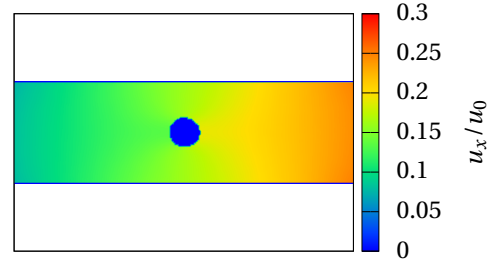
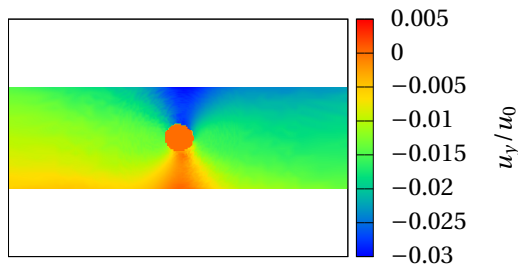
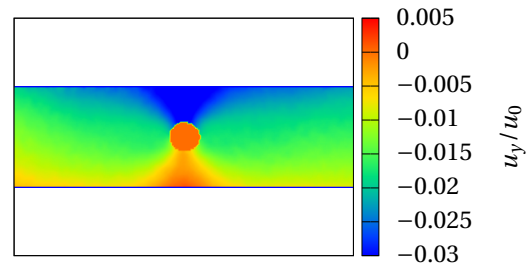
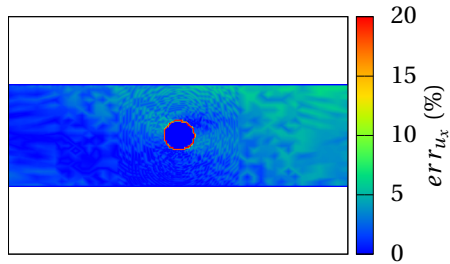
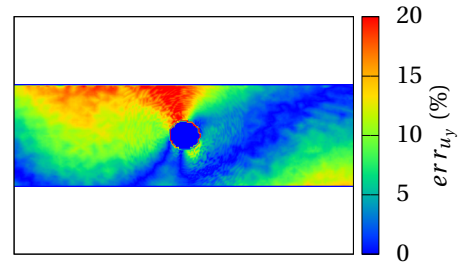
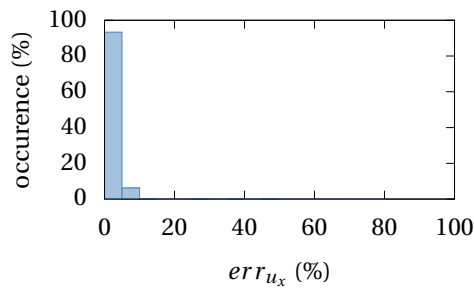
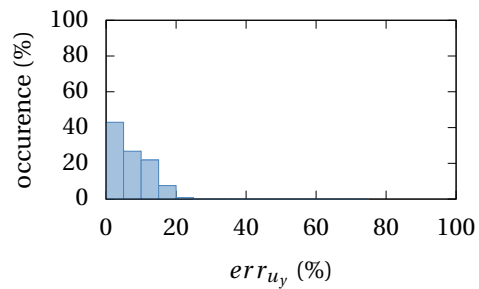
(a) – Champ de déplacements u_x numérique(b) – Champ de déplacements u_x expérimental(c) – Champ de déplacements u_y numérique(d) – Champ de déplacements u_y expérimental(e) – Champ d'erreurs relatives u_x (f) – Champ d'erreurs relatives u_y (g) – Histogramme d'erreurs relatives u_x (h) – Histogramme d'erreurs relatives u_y

Figure 4.42 – Corrélation essais/calculs. Éprouvette amincie percée prélevée à 0° . Comparaison des champs de déplacement pour un effort de $\sigma/\sigma_0 = 3.25$.

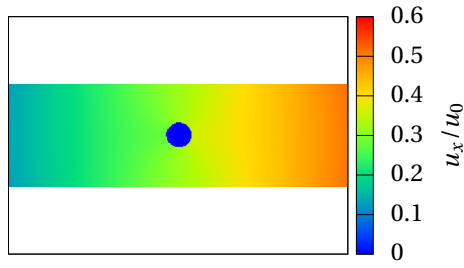
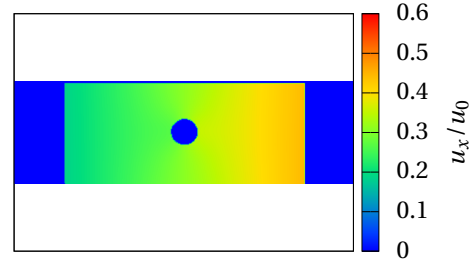
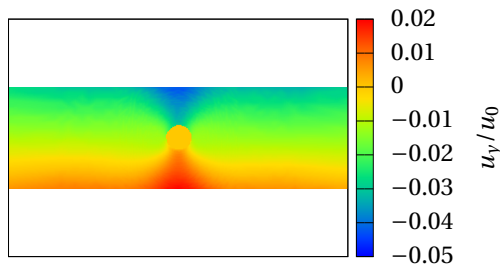
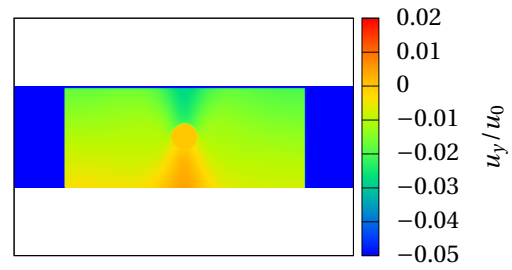
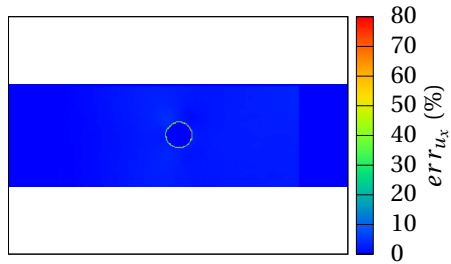
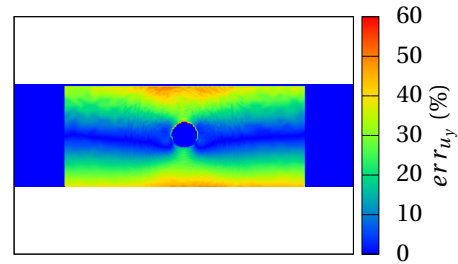
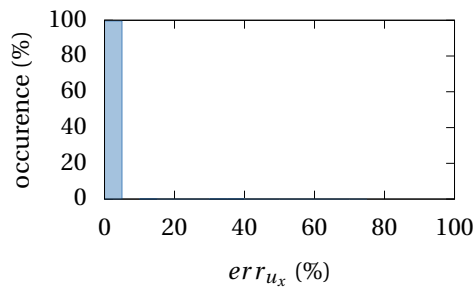
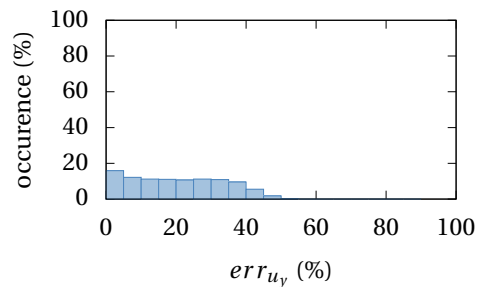
(a) – Champ de déplacements u_x numérique(b) – Champ de déplacements u_x expérimental(c) – Champ de déplacements u_y numérique(d) – Champ de déplacements u_y expérimental(e) – Champ d'erreurs relatives u_x (f) – Champ d'erreurs relatives u_y (g) – Histogramme d'erreurs relatives u_x (h) – Histogramme d'erreurs relatives u_y

Figure 4.43 – Corrélation essais/calculs. Éprouvette amincie percée prélevée à 90° . Comparaison des champs de déplacement pour un effort de $\sigma/\sigma_0 = 2..$

d'une connaissance non suffisante de la microstructure locale de l'ensemble de l'éprouvette. Notons cependant que ces divergences sont visibles principalement sur les déplacements transversaux.

Pour les éprouvettes prélevées à 90° , la corrélation essais/calculs est satisfaisante dans le cas d'une traction à rupture simple. Notons cependant que nous retrouvons les conclusions obtenues lors de l'identification du modèle unidirectionnel à savoir que les prédictions numériques sont moins bonnes pour une orientation moyenne proche de 90° que pour une orientation moyenne proche de 0° . L'étude de l'éprouvette amincie percée montre également que l'identification ou les hypothèses de généralisation tridimensionnelle anisotrope ne sont peut-être pas suffisantes pour pouvoir décrire correctement les déplacements transversaux sous sollicitations mécaniques complexes.

4.6.2 Réponse dissipative

L'objectif premier de l'établissement d'une loi de comportement pour les matériaux de l'étude est de pouvoir simuler le plus précisément possible les essais cycliques afin de pouvoir estimer la dissipation intrinsèque moyenne par cycle que nous pouvons lier à la durée de vie en fatigue (voir chapitre 5). Dans cette section, nous présentons alors une comparaison entre les courbes d'auto-échauffement expérimentales obtenues en suivant le protocole décrit dans le chapitre 3 et les courbes d'auto-échauffement numériques obtenues avec les mêmes hypothèses à partir de la loi de comportement proposée (figure 4.44).

La figure 4.44a présente la comparaison entre les courbes d'auto-échauffement numérique et expérimentale obtenues pour une éprouvette amincie prélevée à 0° . Nous pouvons constater que la prédiction numérique est très satisfaisante pour l'ensemble des blocs de chargement.

La figure 4.44c confirme ce résultat en donnant une estimation numérique confondue à la courbe d'auto-échauffement expérimentale obtenue pour une éprouvette complète de type A-G2-3-0-1 présentant une microstructure de type cœur/peau.

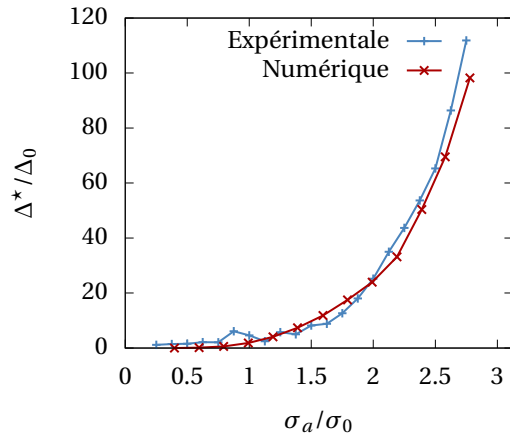
Cependant, la figure 4.44b montre que les prédictions du modèle sous-estiment fortement la dissipation intrinsèque moyenne par cycle pour une éprouvette amincie possédant une orientation de fibres moyenne proche de 90° . Cependant, l'évolution de la courbe d'auto-échauffement numérique suit celle de la courbe d'auto-échauffement expérimentale.

Nous pouvons alors conclure que les prédictions de dissipation intrinsèque moyenne par cycle permettent d'estimer de façon très satisfaisante les courbes d'auto-échauffement pour une orientation moyenne des fibres proche de 0° . Cependant, la modélisation ou l'identification actuelle ne permet pas d'obtenir la courbe d'auto-échauffement pour une orientation moyenne proche de 90° de façon quantitative, mais seulement une approximation de son évolution.

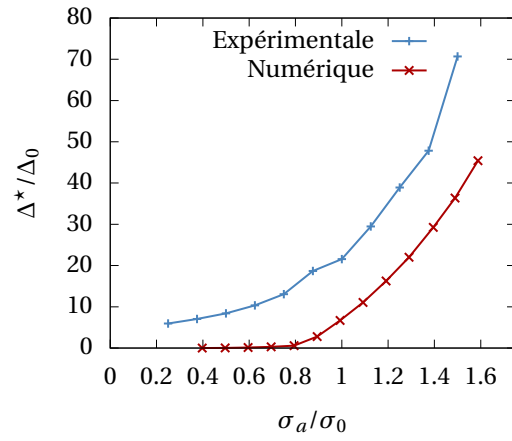
4.7 Bilan

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la modélisation du comportement thermomécanique du matériau A de l'étude. L'objectif principal étant de pouvoir proposer une loi de comportement permettant d'obtenir une description précise de la réponse mécanique et dissipative du matériau sous sollicitation cyclique. La description de la réponse dissipative sous sollicitations cycliques du matériau est particulièrement intéressante afin de pouvoir estimer numériquement les courbes d'auto-échauffement (voir chapitre 2) qui peuvent être liées à la durée de vie en fatigue (voir chapitre 5).

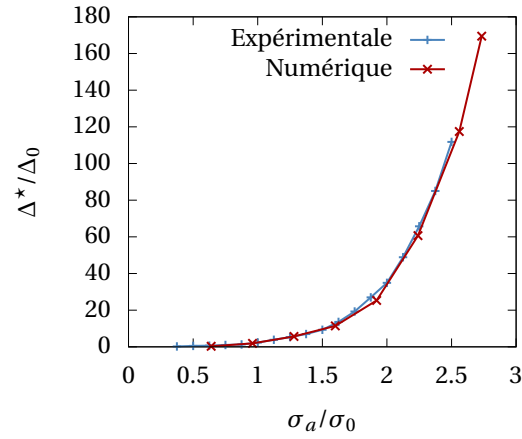
Nous avons tout d'abord présenté un état de l'art des modélisations de comportement mécanique disponibles dans la littérature pouvant s'appliquer aux matériaux thermoplastiques renforcés



(a) – Éprouvette A-G1-4-0-2P



(b) – Éprouvette A-G1-4-90-2P



(c) – Éprouvette A-G2-3-0-1

Figure 4.44 – Validation du modèle 3D en réponse dissipative. Génération des courbes d'auto-échauffement numérique et comparaison aux résultats expérimentaux sur éprouvettes amincies et complètes.

en fibres courtes, sommes arrivés à la conclusion qu'un modèle phénoménologique possède l'avantage de pouvoir décrire la réponse mécanique macroscopique du composite tout en restant utilisable dans l'environnement industriel avec un nombre de paramètres plus faible et une utilisation numérique plus aisée que les modèles multi-échelles.

Nous avons présenté ensuite les principales approches de la littérature permettant de prendre en compte la microstructure locale des matériaux étudiés en utilisant les tenseurs d'orientation issus de simulations d'injection ou de caractérisations expérimentales.

Nous avons alors choisi dans cette étude de développer un modèle de comportement, analogue à celui proposé par LAUNAY [Lau11], basé sur une approche phénoménologique et permettant de considérer l'anisotropie du matériau sur la partie élastique en utilisant un schéma d'homogénéisation à deux étapes et sur la partie plastique en incorporant le tenseur de Hill à la norme plastique.

Dans un second temps, nous avons présenté le matériel utilisé afin de pouvoir réaliser une base expérimentale suffisante pour caractériser le matériau *A* de l'étude. Les principaux essais mécaniques réalisés ont également été décrits.

Ensuite, nous avons analysé la réponse mécanique du matériau *A* aux différents essais mécaniques réalisés. Cela nous a permis de mettre en évidence que le comportement uniaxial du matériau est principalement élastique viscoélastique plastique. Nous avons également montré que la viscoélasticité est non linéaire avec une dépendance de la viscosité η à la vitesse de déformation viscoélastique $\dot{\epsilon}_{ve}$ et avec une dépendance du module viscoélastique à l'évolution de l'écrouissage cinématique du matériau. Une formulation uniaxiale iso-orientation à 8 paramètres a finalement été proposée.

Nous avons alors détaillé une stratégie d'identification du modèle appliquée sur les résultats expérimentaux obtenus sur des éprouvettes amincies prélevées à 0° et 90°. Cela nous a permis de montrer les capacités du modèle à prédire le comportement cyclique complexe du matériau *A* pour différentes sollicitations cycliques de chargement. Nous avons également montré que les résultats d'identification uniaxiale permettent de conclure que l'anisotropie doit être prise en compte pour décrire l'évolution de la raideur élastique et du seuil de plasticité.

Forts de ces constats, nous avons proposé une généralisation du modèle uniaxial à une forme tridimensionnelle anisotrope dans le cadre des matériaux standard généralisés. Cette modélisation donnant accès à la réponse dissipative du matériau.

Nous avons proposé une stratégie d'identification des paramètres anisotropes nous permettant de décrire de façon satisfaisante la réponse mécanique d'éprouvettes prélevées à 0°, 45° et 90° soumises à un essai de traction à rupture.

Nous avons validé la description numérique de la réponse mécanique en comparant les champs de déplacements obtenus pour des éprouvettes complètes d'une part, et pour des éprouvettes amincies percées d'autre part. Les résultats montrent que les prédictions du modèle pour une orientation moyenne des fibres proche de 0° sont très satisfaisantes dans les deux cas d'étude. Cependant, la prédiction du modèle pour une éprouvette amincie percée prélevée à 90° ne permet pas de décrire correctement le champ des déplacements transversaux bien que la description du champ des déplacements dans le sens de la sollicitation soit très satisfaisante.

Nous avons également validé la description numérique de la réponse dissipative moyenne par cycle dans le cadre d'un essai d'auto-échauffement pour des éprouvettes complètes ou amincies prélevées à 0°. Cependant, le modèle proposé ne semble pas suffisant pour estimer la courbe d'auto-échauffement d'une éprouvette dont l'orientation moyenne des fibres est proche de 90°. L'évolution de la courbe semble cohérente, mais il existe un décalage entre les valeurs numériques et expérimentales.

Les perspectives de développement sont d'améliorer la réponse numérique du modèle pour les orientations moyennes de fibres proches de 90°, soit en vérifiant certains éléments d'identification

comme les coefficients de poisson transverse, soit le modifiant légèrement.

Une première piste serait d'utiliser les mesures expérimentales de dissipation intrinsèque moyenne par cycle afin de compléter la modélisation en les incorporant dans la boucle d'identification.

Une seconde piste envisagée est d'utiliser les champs de déplacement obtenus par corrélation d'images afin d'effectuer l'identification des paramètres du modèle comme le propose certains auteurs [Avr+08]. Cela permettrait de comparer des résultats expérimentaux et numériques plus complets (mesure de champs) et de s'assurer que les conditions aux limites sont identiques. De même, afin d'améliorer la qualité d'identification, nous avons mis en évidence qu'il serait souhaitable d'améliorer la connaissance de la microstructure réelle qui fluctue tout au long de l'éprouvette.

Enfin, certaines validations restent à réaliser à court terme. La première étant de comparer les champs de dissipation intrinsèque moyenne expérimentaux et numériques sur des éprouvettes complexes telles que les éprouvettes amincies percées.

Chapitre 5

Dis-moi comment tu t'échauffes, je te dirai comment tu te fatigues!

SYLVAIN CALLOCH

Identification et Validation d'un critère en fatigue

Sommaire

5.1	Bibliographie	145
5.1.1	Différentes approches	145
5.1.1.1	Résultats de fatigue : choix d'une approche	147
5.1.2	Différents domaines de fatigue	149
5.1.3	Mécanismes d'endommagement	149
5.1.4	Paramètres influents	150
5.1.4.1	Microstructure	150
5.1.4.2	Chargement mécanique	150
5.1.5	Critères de fatigue	151
5.1.5.1	Critères de fatigue basés sur les grandeurs mécaniques	151
5.1.5.2	Critères de fatigue basés sur les grandeurs énergétiques	151
5.1.6	Caractérisation rapide des propriétés en fatigue	152
5.1.7	Bilan	154
5.2	Protocole de caractérisation rapide	155
5.2.1	Présentation de l'approche	155
5.2.2	Origine/Sens physique des régimes	157
5.3	Résultats	157
5.3.1	Confrontation aux prédictions	158
5.3.2	Influence de l'orientation	159
5.3.3	Influence d'une variation du matériau	160
5.4	Bilan, discussion et perspectives	163

Nous souhaitons présenter dans ce chapitre l'identification et la validation d'un critère énergétique de fatigue obtenu avec les méthodes de caractérisation rapide basées sur le protocole d'auto-échauffement présenté dans le chapitre 3.

Dans la première section, nous réalisons un état de l'art concernant les différentes approches de dimensionnements en fatigue et concluons sur la démarche à suivre pour nos matériaux en fonction des résultats conventionnels de fatigue. Nous présentons ensuite les différents critères disponibles dans la littérature et les méthodes de caractérisation rapide associées. Nous mettons alors en évidence qu'une approche en régime transitoire, comme proposé dans le chapitre 3, permet l'obtention d'une courbe d'auto-échauffement pouvant être décomposée empiriquement en trois régimes. La détermination de ces régimes permet ensuite d'identifier un critère énergétique de durée de vie selon une loi de Basquin.

Nous présentons dans la deuxième section le protocole de caractérisation rapide alors utilisé dans cette étude. Nous montrons également que la loi de comportement proposée dans le chapitre 4 permet d'améliorer la compréhension physique de la décomposition de la courbe d'auto-échauffement en trois régimes.

La troisième section applique le protocole de caractérisation rapide proposé à quelques-uns des résultats obtenus dans le chapitre 3 page 43. Plusieurs résultats sont mis en évidence. Premièrement, nous vérifions l'applicabilité de la méthode pour un exemple donné en comparant le critère obtenu avec la démarche de caractérisation rapide à des points de fatigue conventionnels. Ensuite, nous étudions l'influence de l'orientation moyenne des fibres sur le critère de durée de vie énergétique et en amplitude de contrainte. Enfin, nous vérifions la capacité de la démarche à discriminer en fatigue des matériaux similaires. Ce point trouve toute son importance dans le domaine industriel où pouvoir réaliser un « screening matériaux » avec les méthodes de caractérisation rapide permettrait de sélectionner quelques matériaux adéquats très rapidement.

5.1 Bibliographie

En condition de service, il existe différents types de ruines pour une structure : rupture statique sous un chargement important ponctuel, rupture dynamique lors d'un choc, dégradations chimiques ou par frottement ou encore des endommagements sous chargements mécaniques cycliques variables, déterministes ou aléatoires nommés couramment *fatigue* [Sur98]. Maitournam [Mai13] complète cette définition en présentant le phénomène de fatigue comme correspondant à

« l'ensemble des détériorations des propriétés mécaniques qui apparaissent dans les matériaux soumis à des contraintes ou à des déformations variables au cours du temps, dégradations conduisant le plus souvent à la fissuration voire à la rupture. »

Dans le domaine des transports, ce phénomène de fatigue conditionne le dimensionnement de nombreuses pièces en présence de chargements thermiques et/ou mécaniques variables répétés à très grand nombre de cycles [Lau11].

5.1.1 Différentes approches

Quel que soit le matériau, deux phénomènes se distinguent généralement dans l'étude de la fatigue : l'amorçage de fissure correspondant à l'apparition d'une fissure détectable dans une structure, et la propagation de la fissure déjà amorcée menant généralement à la ruine de la structure, la frontière entre ces deux phénomènes n'étant pas toujours faciles à identifier [Tro95]. Ces deux phénomènes donnent lieu à deux approches du problème en fatigue :

- l'approche en amorçage vise à déterminer le nombre de cycles nécessaires à l'apparition d'une fissure dite macroscopique ou critique, en supposant la structure initialement exempte de tout défaut ;
- l'approche en propagation vise à prédire la cinétique de propagation d'une fissure dont la taille et l'orientation sont connues dans le cas d'une structure préalablement entaillée.

Le choix de l'approche dépend souvent de l'application : soit l'amorçage intervient très tôt, mais la présence d'une fissure dans la pièce n'est pas critique pour l'application, dans ce cas une approche en propagation est privilégiée, soit la pièce ne doit pas avoir de fissure en service, dans ce cas une approche en amorçage est privilégiée.

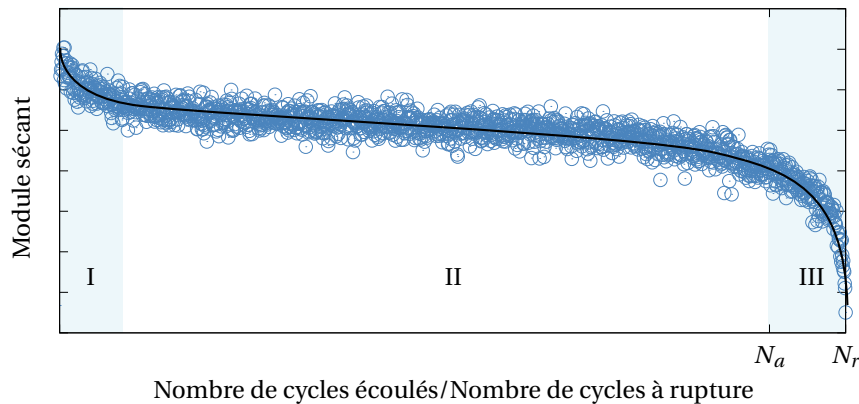


Figure 5.1 – Évolution du module sécant en fonction du nombre de cycles écoulés durant un essai de fatigue.

Dans le cas d'un essai de fatigue classique, ces deux phases peuvent être mises en avant en suivant par exemple l'évolution du module sécant. En effet, comme présenté figure 5.1 dans le cadre d'essai du matériau A présenté section 4.3.6 page 113, nous pouvons distinguer trois phases durant un essai de fatigue :

- 1) un régime transitoire durant un nombre de cycles généralement faible devant la durée de vie. Cette phase I correspond à l'établissement d'un équilibre thermomécanique ainsi qu'à une éventuelle accommodation mécanique ;
- 2) un comportement mécanique stationnaire d'un point de vue macroscopique. Durant cette phase II, le module sécant varie faiblement permettant de considérer que les microfissures/endommagements restent confinés dans un volume suffisamment faible pour ne pas impacter la réponse macroscopique. Cette phase s'étend jusqu'à un nombre de cycles N_a atteint lors d'une diminution de 5 à 10% de la raideur sécante macroscopique. Il s'agit alors du point d'amorçage macroscopique ;
- 3) une phase de propagation de fissure menant à la rupture ou à un endommagement critique de la structure accompagnée d'une chute brutale du module sécant. Nous noterons le nombre de cycles final N_r

Ces phases possèdent des durées relatives variables selon les matériaux étudiés et les cas de chargement. Dans certaines situations, le nombre de cycles à l'amorçage N_a est négligeable devant le nombre de cycles à rupture N_r : $N_a \ll N_r$. Dans ce cas, une approche en propagation de fissure est

préférable. Cependant, dans d'autres situations, l'amorçage n'est détecté que très peu de cycles avant la rupture : $N_a - N_r \ll N_r$. Dans ce cas, une approche en amorçage est préférable pour le dimensionnement en fatigue.

Approche par amorçage

L'amorçage est un instant difficile à définir, car cela dépend de l'échelle d'observation. Par ailleurs, une structure vierge de tout chargement comporte quasi systématiquement des défauts initiaux notamment des porosités pouvant être assimilés des micro fissures. D'autant plus pour les thermoplastiques semi-cristallins injectés, qui possèdent de nombreux sites d'amorçage, provoquant un endommagement diffus [Man91]. Pour simplifier l'approche, de nombreux auteurs considèrent qu'il n'y a pas d'amorçage tant qu'il n'y a pas de dégradation visible de la réponse mécanique.

L'avantage de cette approche est d'être facilement exploitable dans un cadre industriel en réalisant un suivi de certaines grandeurs physiques comme le module sécant.

Approche par propagation

L'étude de la propagation de fissure est réalisée avec des éprouvettes initialement entaillées pour les trois modes d'ouvertures. Une variation des facteurs d'intensité de contrainte ΔK est définie entre les valeurs maximale et minimale atteintes durant un cycle de chargement. Si ce facteur est inférieur à un certain seuil ΔK_s , aucune propagation de fissure n'est observée. Dans le cas contraire, ΔK est relié à la vitesse de propagation de fissure, par exemple par une loi puissance (loi de Paris-Erdogan) lors d'un régime de propagation stable. Si ΔK est trop important, alors la propagation de la fissure est instable et brutale conduisant rapidement à la ruine de la structure [Kar90; PR00; Peg01]. Les matériaux fragiles ne possèdent pas de propagation stable ce qui rend cette démarche inappropriée.

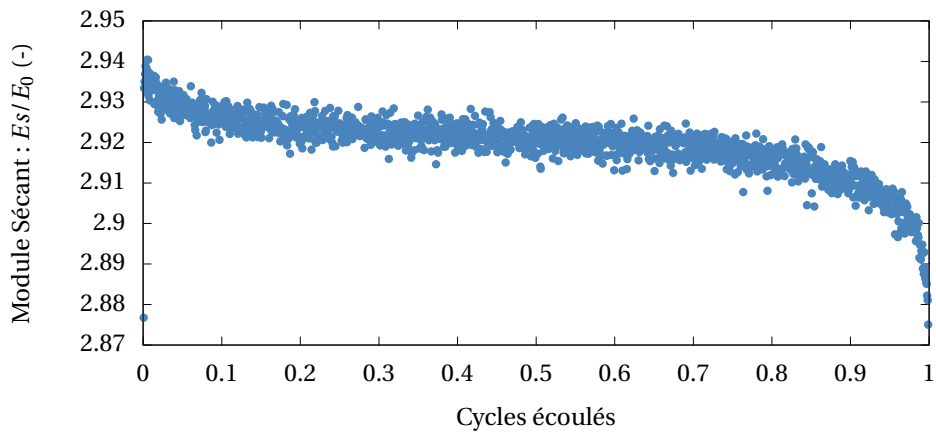
Les principales difficultés de cette approche résident dans la connaissance fine de la microstructure pour les matériaux fortement hétérogènes comme les thermoplastiques fibrés. Aussi, hors cas particulier, cette approche est rarement utilisée dans l'industrie du transport. Pour des raisons de sécurité, l'amorçage d'une fissure est généralement assimilé à la ruine de la structure.

5.1.1.1 Résultats de fatigue : choix d'une approche

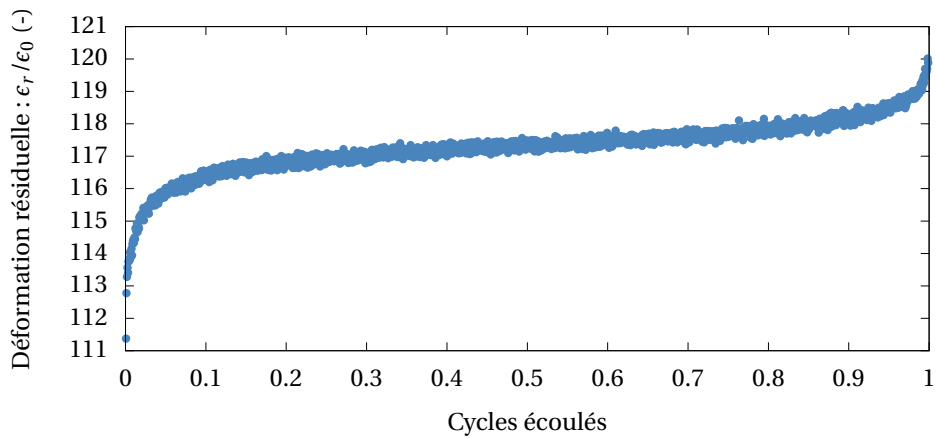
Le choix de l'approche pour notre étude est important pour déterminer la suite du chapitre. Comme nous le présentons dans le chapitre 4 section 4.2 page 98 et 4.3.6 page 111, nous avons mené des essais de fatigue conventionnels. Pour déterminer si une approche en amorçage ou en propagation est appropriée aux matériaux étudiés, nous proposons d'observer l'évolution durant un essai de fatigue des deux grandeurs mécaniques principales : le module sécant (figure 5.2a) et la déformation résiduelle (figure 5.2b) pour une éprouvette de type A-G1-4-0-3.

Comme nous pouvons le constater, le nombre de cycles à amorçage N_a est proche du nombre de cycle à rupture N_r avec une phase de propagation correspondant à environ 10% de la durée de vie de l'éprouvette. De plus, l'évolution des grandeurs mécaniques est stationnaire.

De ce fait, dans le cadre de cette étude, nous nous intéressons aux approches de dimensionnement à l'amorçage qui présentent également l'avantage d'être facilement exploitables dans un cadre industriel. Pour des raisons de simplicité de l'étude, nous confondons le nombre de cycles à l'amorçage avec le nombre de cycles à rupture de l'éprouvette.



(a) – Évolution du module sécant d'une éprouvette de type A-G1-4-0-3 durant un essai de fatigue.



(b) – Évolution de la déformation résiduelle d'une éprouvette de type A-G1-4-0-3 durant un essai de fatigue.

Figure 5.2 – Évolution des grandeurs mécaniques durant un essai de fatigue.

5.1.2 Différents domaines de fatigue

Dans la littérature consacrée aux matériaux métalliques, plusieurs domaines de fatigue sont distingués. Le premier domaine dit *oligocyclique* décrit les ruptures en fatigue à faible nombre de cycles, allant de quelques centaines à plusieurs milliers de cycles. Au-delà, jusqu'à environ 10^7 cycles, on parle d'endurance limitée ou de fatigue *polycyclique*. Le troisième domaine dit d'endurance illimitée décrit l'ensemble des chargements en fatigue suffisamment faibles pour que la structure reste intègre indéfiniment au sens de l'ingénieur. Cependant, ce dernier régime commence à perdre son sens avec l'apparition du domaine de fatigue *gigacyclique* qui décrit des durées de vie supérieure à 10^9 cycles [Bat00].

Certains auteurs précisent cette classification en observant la réponse asymptotique du matériau. Si le phénomène de Rochet est observé, alors la rupture intervient généralement au bout de quelques cycles. Cette situation est évitée pour des structures métalliques travaillant sous chargement répété. Deux autres cas peuvent alors être observés. Si la réponse mécanique à l'échelle macroscopique est accommodée alors le domaine de fatigue étudié est oligocyclique tandis que si la réponse est adaptée le domaine de fatigue étudié est polycyclique [Lem09; CDM03; JM08; AB00].

Le comportement mécanique des thermoplastiques fibrés est différent et la classification usuelle des matériaux métalliques basée sur le comportement asymptotique n'est plus adaptée. En effet, la réponse mécanique des matériaux fibrés peut être dissipative et néanmoins associée à des durées de vie importantes en raison de la présence de phénomènes visqueux, élastique ou non, visibles sur un cycle de chargement. Le comportement cyclique peut également ne pas être stabilisé en raison de la présence de fluage, montrant l'existence de phénomènes visqueux à plus long terme, notamment en présence d'une contrainte moyenne non nulle [Kli09; Lau11; Ser13]. Ainsi, les approches oligocyclique et polycyclique présentées pour les matériaux métalliques peuvent être utilisées indifféremment pour les thermoplastiques fibrés [Lau11].

Dans notre étude, nous cherchons à décrire le comportement oligocyclique et polycyclique des matériaux présentés dans le chapitre 2 page 8. Nous nous focaliserons donc uniquement sur cet aspect.

5.1.3 Les mécanismes d'endommagement en fatigue des thermoplastiques fibrés

Dans cette section, nous nous intéressons aux principaux mécanismes d'endommagement en fatigue des thermoplastiques renforcés en fibres courtes. Ces études sont principalement basées sur l'étude des faciès à différents instants du chargement ou de rupture [HS97; LMH87; Man90; Kli09; Kli+11a; Mou09; Ari+14], ou encore par tomographie in situ [RSR16; Rol+16] afin de présumer les différents scénarii d'endommagement, d'amorçage et de propagation.

Plusieurs points clefs ressortent de ces études. Les microfissures s'amorcent dans la matrice à l'extrémité des fibres, où les concentrations de contraintes sont plus importantes [Kli09; Kli+11a; NTK01; RSR16]. La propagation se poursuit ensuite soit dans la matrice en direction des autres extrémités de fibres, soit le long de l'interface matrice [Rol+16]. La température de l'essai et le comportement associé ductile/fragile de la matrice pilotent le mode de propagation [NTK01].

Pour certains matériaux comme le PA66-GF30, l'amorçage est piloté par la formation de cavités nanométriques dans la phase inter-lamellaire de la matrice dont la croissance anisotrope est thermiquement activée [Mou09].

Les mécanismes d'endommagement proposés décrivent principalement des propagations rapides et brutales des microfissures après l'atteinte d'une taille critique validant l'approche de dimensionne-

ment en amorçage et la confusion du nombre de cycles à l'amorçage (à l'échelle macroscopique) et du nombre de cycles à rupture.

Ces études mettent également en relief qu'un certain nombre de grandeurs microscopiques influent sur la tenue en fatigue des composites renforcés en fibres courtes : la pression hydrostatique, la distribution locale d'orientation par rapport à la direction de sollicitation, la nucléation des cavités inter-lamellaires ou encore la ductilité de la matrice pour ne citer que les principales.

La loi de comportement phénoménologique proposée dans le chapitre 4 ne permet pas de décrire ces micromécanismes individuellement, mais a pour objectif d'en traduire l'influence à l'échelle macroscopique.

5.1.4 Paramètres influents

Dans cette section, nous présentons les principaux paramètres influents sur la durée de vie des matériaux thermoplastiques renforcés en fibres courtes.

5.1.4.1 Microstructure

Pour une matrice donnée, l'augmentation du facteur de forme [LG69] et de la fraction volumique des fibres améliore la tenue en fatigue du composite. De même, meilleures sont les propriétés mécaniques monotones des composants du composite et meilleure est la tenue en fatigue [Man90; ZS01a; Ber+07b; BDA10].

D'autres auteurs se sont intéressés à l'influence de l'orientation moyenne des fibres par rapport à la direction de chargement. Cette orientation moyenne varie de différentes façons : en variant l'angle de prélèvement des éprouvettes au sein de plaques injectées [Ber+07a; Kli09; Ser15; HS97; Ari+14], en variant l'épaisseur [DMQ10] ou encore leur position par rapport au seuil d'injection [HS97]. Tous s'accordent sur le fait que plus l'angle entre la direction de chargement et l'orientation moyenne des renforts augmente et plus la durée de vie en fatigue diminue. JÉGOU montre également que deux éprouvettes de microstructure moyenne équivalente obtenues par injection ou par découpe dans une plaque injectée possèdent le même comportement en fatigue [Jég12].

5.1.4.2 Chargement mécanique

Dans ce paragraphe, nous présentons les principaux facteurs mécaniques influençant la réponse en fatigue des thermoplastiques fibrés.

Influence de la fréquence de chargement

Certains auteurs ont montré que pour des matériaux comme les polyamides, dont la température de transition vitreuse est proche de l'ambiante, l'augmentation de la fréquence de chargement augmente de façon importante la température du matériau par auto-échauffement conduisant à une diminution de la durée de vie en fatigue [BCR14; ZS01a]. Dans ces conditions, certains auteurs proposent de définir une équivalence fréquence/température afin de modéliser l'influence de la fréquence sur la tenue en fatigue [HKN99].

MOURLIA SEIGNOBOS montre dans ses travaux qu'il est possible de définir un critère en fatigue normalisé par le module élastique unifié pour les différentes températures d'éprouvette. Ce moyen permettrait ainsi de s'affranchir de l'influence de l'augmentation de température due à l'augmentation de la fréquence de sollicitation [Mou09].

Influence de la contrainte moyenne

Les effets de la contrainte moyenne σ_m sont souvent représentés par l'influence du rapport de charge R défini par :

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \Rightarrow \sigma_m = \frac{1+R}{1-R} \sigma_a \quad (5.1)$$

avec $\sigma_{\min}$ la contrainte minimale, $\sigma_{\max}$ la contrainte maximale et σ_a l'amplitude de contrainte.

Lorsque la contrainte moyenne est positive, les phénomènes visqueux entraînent un couplage fluage/fatigue pouvant réduire la durée de vie [ZS01a; MZ04; Gus+07]. MALLICK et ZHOU ont montré que des courbes de Gerber modifiées permettent d'apprécier l'influence du rapport de charge [MZ04].

Influence de la multiaxialité

Certains auteurs ont étudié l'influence de la multiaxialité sur des thermoplastiques renforcés en fibres de verre à partir d'éprouvette tubulaire sollicitée en traction/torsion pour différent taux de biaxialité et déphasage [Kli09; De +10]. Les auteurs mettent en avant que, comme pour les matériaux métalliques, le cisaillement pur est le plus néfaste vis-à-vis de la durée de vie en fatigue.

5.1.5 Critères de fatigue

Dans cette section, nous allons présenter les principaux critères de fatigue que nous retrouvons dans la littérature adaptés à la description des comportements stationnaires en fatigue. Nous allons les décomposer en deux familles : les critères basés sur l'évolution de grandeurs mécaniques ou énergétiques.

5.1.5.1 Critères de fatigue basés sur les grandeurs mécaniques

Un des critères le plus utilisé est celui de Tsai-Hill adapté à la fatigue, qui lie la durée de vie à l'amplitude des contraintes à partir d'une fonction définie par des contraintes à rupture, sous différents chargements élémentaires : traction dans deux directions et cisaillement plan [Ber+07a; DMQ10]. Ce critère prédit de façon satisfaisante la durée de vie des thermoplastiques fibrés lorsque l'angle entre la direction de sollicitation et l'orientation moyenne varie pour une microstructure donnée. Cependant, il ne prend pas en compte l'influence de la contrainte moyenne, de la multiaxialité du chargement ou des conditions hygrothermiques. De plus, ce critère est valable uniquement pour une microstructure donnée.

La seconde approche principale est dite du plan critique. Un plan critique est défini comme étant le plan maximisant le rapport de la contrainte normale et de la résistance à la fatigue. Ce plan critique est alors supposé piloter la durée de vie en fatigue de la structure [ZS01b; ZSQ01; GUD10]. Applicable sur des structures complexes, cette approche est basée sur la réalisation d'un calcul par éléments finis élastique anisotrope considérant la distribution locale d'orientation et des contraintes exprimées dans le repère matériel local. La limite d'endurance dans une direction de chargement est ensuite déterminée par interpolation linéaire à partir des limites d'endurance obtenues pour une distribution d'orientation à 0° et 90°.

5.1.5.2 Critères de fatigue basés sur les grandeurs énergétiques

Une première famille de critères énergétiques propose de relier la durée de vie à la densité d'énergie élastique de déformation Δ_e [Kli09; Kli+11b]. Les auteurs proposent un critère en fatigue mul-

ti axiale inspiré des travaux de KUJAWSKI et ELLYIN [KE95] sous la forme :

$$f\Delta_e \cdot N_r^b = C, \quad \text{avec } f^2 - \frac{1+R}{1-R}f - 1 = 0 \quad (5.2)$$

Le critère ainsi proposé permet de prédire de façon correcte la durée de vie pour des chargements de traction, torsion et cisaillement. Il semblerait également capable de décrire la dépendance à la microstructure. L'avantage de ce critère étant de nécessiter uniquement un calcul élastique.

D'abord apparue pour les matériaux métalliques, une deuxième famille de critères de durée de vie établit une corrélation entre la durée de vie en fatigue (à l'amorçage) et l'énergie dissipée par cycle en régime stabilisé [Mor65; Ell85; Ske91; CC00] puis pour certains matériaux thermoplastiques renforcés en fibres courtes et élastomères [EE90; Jég12; Ser13; Mas14]. Cette dépendance est formalisée par une loi de type Basquin :

$$\Delta^* \cdot N_a^b = C \quad (5.3)$$

avec Δ^* l'énergie dissipée par cycle, et b et C des paramètres scalaires. La déformation élastique étant réversible, Δ^* est alors exprimée de la façon suivante :

$$\Delta^* = \int_{\text{cycle}} \underline{\underline{\sigma}}(t) : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{\text{in}}(t) dt \quad (5.4)$$

avec $\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{in}} = \underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}_e$ la déformation inélastique. AMIABLE et al. [Ami+06] ont proposé une extension de ce critère en ajoutant une dépendance à la pression hydrostatique :

$$(\Delta^* + \alpha P_{\max}) \cdot N_a^b = C \quad (5.5)$$

où $P_{\max}$ est la pression hydrostatique positive maximale et α un paramètre scalaire supplémentaire.

LAUNAY et al. [Lau+13] adaptent cette formulation pour l'étude d'un PA66 renforcé en fibres de verre courtes en partitionnant l'énergie dissipée en contributions des phénomènes viscoplastique Δ_{vp}^* et viscoélastique Δ_{ve}^* :

$$(\Delta_{vp}^* + \alpha \Delta_{ve}^*) \cdot N_a^b = C \quad (5.6)$$

avec $\alpha \rightarrow 0$ dans le cas où seule la viscoplasticité participe à l'endommagement en fatigue, $\alpha = 1$ dans le cas où les deux phénomènes visqueux participent de façon équivalente (même formulation que le modèle 5.3) ou $\alpha \rightarrow \infty$ dans le cas où les phénomènes viscoélastiques participent majoritairement à l'endommagement en fatigue.

Les résultats de ces auteurs montrent que cette modélisation en densité d'énergie dissipée permet de décrire l'influence de la multiaxialité du chargement ainsi que celle de la distribution d'orientation des fibres. LAUNAY montre également que le critère énergétique donne une meilleure estimation de la durée de vie que les critères mécaniques classiques pour un PA66 renforcé en fibres de verre courtes [Lau11].

Toutefois, l'utilisation d'un tel critère nécessite soit l'emploi d'un modèle de comportement performant pour simuler la réponse thermomécanique cyclique du matériau, soit une méthode de mesure expérimentale des densités d'énergie dissipée. Cette dernière méthode possède l'avantage de pouvoir proposer une caractérisation rapide des propriétés de durée de vie en fatigue par la méthode d'auto-échauffement.

5.1.6 Caractérisation rapide des propriétés en fatigue

Dans cette section, nous allons présenter un état de l'art concernant la caractérisation rapide des propriétés en fatigue basée sur l'identification d'un critère énergétique à partir des essais d'auto-échauffement dont le principe est présenté dans le chapitre 3 page 43. Pour rappel, dans notre étude,

nous montrons que ces essais rendent possible l'obtention de la dissipation intrinsèque par cycle Δ^* pour différentes amplitudes de chargement sous forme de courbes et de cartographies d'auto-échauffement.

De ce fait, cet état de l'art présente les principales approches d'identification d'un critère en fatigue connaissant l'énergie dissipée par cycle expérimentale. Pour faciliter la présentation de ces différentes approches, nous proposons une présentation chronologique de leur apparition.

Après les premiers travaux de STROMEYER en 1914 liant de façon empirique la variation de température à une limite d'endurance, il faut attendre les années 80 pour que de nouvelles études et moyens techniques apparaissent et relancent l'engouement des méthodes de caractérisation rapide permettant d'obtenir de façon empirique les courbes de Wöhler en observant l'élévation de la température pour des matériaux métalliques [Luo98; Kra00; LaR00; Lia+00; CL00; Dou+05; CCS05; Men07]. Les auteurs montrent alors que l'évolution de la température stabilisée après quelques milliers de cycles θ^1 en fonction de l'amplitude de chargement révèle l'existence de deux régimes, figure 5.3a page suivante. En effet, après avoir été quasi-constante pour un certain nombre de paliers de chargement, la température stabilisée augmente brutalement. Ce changement de régime brutal est assimilé à l'apparition de microplasticité pilotant la fatigue. DOUDARD et *al.* montrent alors de façon empirique que la limite d'endurance peut être assimilée à l'intersection des deux droites décrivant chacun des régimes.

Cette approche qui consiste à lier les mesures thermographiques à la durée de vie s'est progressivement étendue ensuite aux matériaux polymères et composites [Qua02; LaR00; MQ11].

En 2010, BERREHILI et *al.* [Ber+10] ont essayé d'appliquer ce protocole empirique à un propylène soumis à des chargements de traction-torsion. Il en résulte une surestimation de la limite d'endurance que les auteurs associent au fait que la température en fin de palier n'est pas toujours stabilisée et que les matériaux polymères sont sujets à différents phénomènes dissipatifs supplémentaires que les matériaux métalliques. De ce fait, la méthode d'obtention d'un critère de durée de vie en fatigue avec les méthodes d'auto-échauffement doit être ajustée.

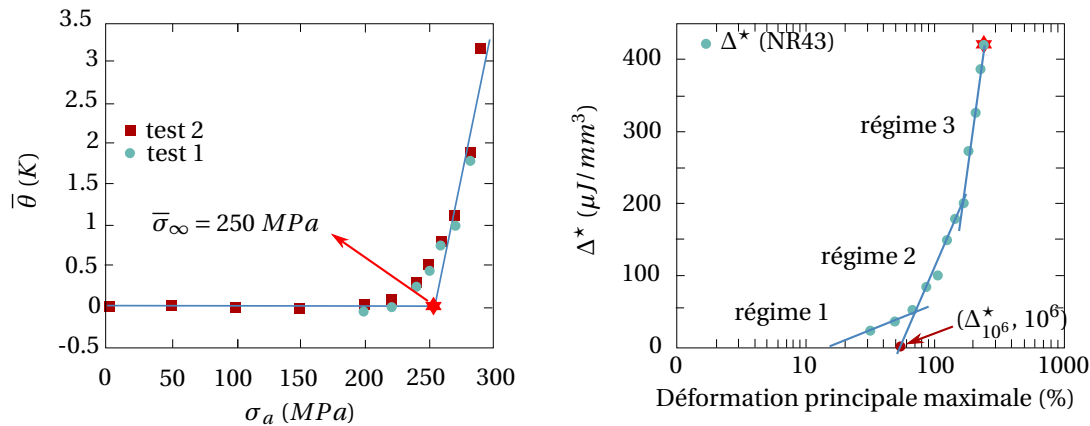
LE SAUX [Le 10] et JÉGOU [Jég12] proposent alors un post-traitement empirique similaire à celui proposé par DOUDARD et *al.* [Dou+05] mais associent l'intersection des deux régimes non pas à la limite d'endurance, mais à la rupture à 10^6 cycles. JÉGOU montre alors qu'en utilisant une loi de Basquin, présentée équation 5.3 page précédente, il est capable de prédire la courbe de Wöhler pour différents taux d'humidité d'un PA66GF50. Il montre également une unification du critère de durée de vie pour les différents taux d'humidité lorsqu'il est écrit en dissipation intrinsèque Δ^* mesurée expérimentalement à partir d'une approche 0D en régime stabilisé (voir chapitre 3 page 43).

En 2014, MASQUELIER se base sur les travaux de JÉGOU et étend son approche empirique aux matériaux élastomères. À la différence qu'elle propose une décomposition de la courbe d'auto-échauffement en trois régimes plutôt que deux (voir figure 5.3b). Cela est lié à la construction des courbes d'auto-échauffement en régime transitoire (hypothèse de transformation adiabatique) et non en régime stabilisé où la température n'arrive jamais à stabilisation lors du troisième régime. Elle identifie alors le point de durée de vie à 10^6 cycles à l'intersection du premier et du second régime et montre une très bonne estimation de la courbe de Wöhler en déformation principale maximale. Comme JÉGOU, elle utilise un critère de durée de vie énergétique de type Basquin (équation 5.3 page précédente). La dissipation intrinsèque est alors mesurée expérimentalement à partir d'une approche 0D et en régime transitoire.

Plus récemment encore, SERRANO [Ser15] reprend cette approche et l'applique avec succès à un PA66GF50. Il met notamment en relief l'effet de l'orientation sur la durée de vie, l'influence du rapport de charge et de l'environnement thermo hygrométrique. Il montre dans ses travaux qu'une loi de type

1. Nous avons montré dans l'état de l'art du chapitre 3 page 43 que cette température stabilisée est proportionnelle à la dissipation intrinsèque par cycle Δ^* sous certaines hypothèses.

Basquin n'est pas suffisante pour obtenir un critère de durée de vie unifié pour les différentes orientations et rapports de charge. Il conclut alors que, pour son matériau, le champ d'énergie dissipée par cycle ne peut être directement transposable en champ de durée de vie, il faudrait connaître les états de chargement et la distribution d'orientation locaux. Néanmoins, la méthode d'auto-échauffement est en mesure de fournir « très rapidement » (une demi-journée d'essai et une seule éprouvette) la courbe de fatigue, y compris pour des cas complexes.



(a) – Illustration de la démarche d'obtention de la limite d'endurance sur un acier. Illustrée à partir des résultats de DOUDARD et al. [Dou+05]

(b) – Illustration de la démarche d'obtention de la durée de vie à 10^6 cycles sur un élastomère. Notion des trois régimes. Illustrée à partir des résultats de MASQUELIER [Mas14]

Figure 5.3 – Illustration des méthodes de post-traitement empirique des courbes d'auto-échauffement

Certains auteurs considèrent également une approche avec l'existence et l'apparition d'une population de défauts induite par le chargement cyclique. Cette approche permet entre autres d'évaluer la dispersion des résultats en fatigue.

La principale approche consiste à postuler la population de défauts ainsi que ses processus d'apparition et d'évolution en fonction du chargement considéré. Pour évaluer l'endurance du matériau, l'hypothèse est faite que la rupture a lieu dès qu'une certaine densité de défauts devient active. Cette densité suit une loi probabiliste de type exponentielle dépendant entre autres du chargement et du volume des défauts [Dou04; Mun12; Le 10].

5.1.7 Bilan

Dans les sections précédentes, nous avons montré que différentes approches en fatigue pouvaient être considérées. Dans notre étude, une approche en amorçage semble être la plus pertinente. De plus, au vu de l'évolution du module sécant durant un essai de fatigue, nous pouvons confondre le nombre de cycles à amorçage et le nombre de cycles à rupture.

Ensuite, nous avons mis en avant le fait que la durée de vie en fatigue des thermoplastiques renforcés en fibres courtes est dépendante de différents facteurs : orientation, chargements multiaxiaux, contraintes moyennes, microstructure, etc. De ce fait, l'établissement des courbes de Wöhler expéri-

mentales demande de nombreux essais, parfois très longs, adaptés à chacune de ses conditions sur des éprouvettes de caractérisation maîtrisées.

De nombreux critères mécaniques et énergétiques sont proposés pour estimer l'endurance en fatigue et permettent de considérer un ou plusieurs des facteurs influents. LAUNAY a montré que le modèle énergétique de Basquin permettait une meilleure estimation de la durée de vie dans le cas de l'étude d'un PA66GF35 permettant à la fois de prendre en compte la multiaxialité du chargement ainsi que la distribution d'orientation [Lau11]. L'utilisation d'un tel critère de fatigue est basée sur la robustesse des lois de comportement cyclique développées pour le matériau étudié, elles aussi multifactorielle et souvent complexes à identifier.

De ce fait, la caractérisation d'un matériau en fatigue est toujours une étape très longue et une volonté d'accélérer ce processus conduit aux développements des méthodes dites de caractérisation rapide.

Les méthodes de caractérisation rapide permettent, par mesure d'auto-échauffement, d'accéder à la valeur expérimentale de l'énergie dissipée par cycle et d'identifier un critère énergétique par des approches empiriques. Plusieurs auteurs ont montré de très bonnes correspondances entre les essais conventionnels de fatigue et les courbes de Wöhler ainsi estimées en réduisant le temps de caractérisation à une demi-journée d'essais et une seule éprouvette. Les prochaines sections mettent en œuvre ces méthodes pour les matériaux étudiés afin de s'assurer de leurs capacités à être utilisées sur cette classe de matériaux.

5.2 Développement d'un protocole de caractérisation rapide

5.2.1 Présentation de l'approche

Dans cette section, nous souhaitons tester les approches de caractérisation rapide de durée de vie en fatigue en reprenant les approches utilisées notamment par SERRANO, MASQUELIER et *al.* [Ser13; Mas13]. La démarche se base sur l'association des courbes d'auto-échauffement obtenues et présentées dans le chapitre 3 page 43 et d'un critère énergétique à 2 paramètres de type Basquin.

Comme nous l'avons présenté dans les sections précédentes, ce critère énergétique associe le nombre de cycles à l'amorçage $N_a \approx N_r$ à l'énergie dissipée moyenne par cycle Δ^* à partir d'une loi puissance :

$$\Delta^* = C \cdot N^{-b} \quad (5.7)$$

C et b étant les paramètres à identifier.

De manière à identifier C et b , il est nécessaire de disposer de deux couples (Δ^*, N) . Le premier couple (Δ_r^*, N_r) est obtenu pour le dernier palier de chargement qui est mené jusqu'à rupture.

Le second couple (Δ^*, N) est plus difficile à évaluer et repose généralement sur des approches empiriques [Jég12; Ser15; Mas14]. Pour l'étude d'un PA66GF50, SERRANO et *al.* propose la détermination de trois régimes distincts en associant une durée de vie au million de cycles pour une énergie dissipée obtenue à l'intersection des régimes I et II. Ils montrent ainsi une bonne estimation des courbes d'endurance déterministe pour différentes conditions expérimentales. Cette approche repose principalement sur deux hypothèses :

- la première est que le comportement cyclique de ces matériaux comporte un seuil d'activation de mécanismes dissipatifs, et que ce seuil peut être associé à une durée de vie;
- la seconde est que ce seuil d'activation est détectable à partir de la réponse thermomécanique du matériau, et en particulier à partir de la courbe d'auto-échauffement.

La détermination de ce seuil est effectuée de façon graphique. Plusieurs approches sont possibles, qui se basent sur les variations, plus ou moins brutales suivant les matériaux, du taux de variation de l'énergie dissipée d'un palier de chargement à l'autre. Une approche développée dans le cadre des travaux de thèses de JÉGOU [Jég12] puis SERRANO [Ser15] est ici adaptée, car les courbes d'auto-échauffement obtenues présentent des caractéristiques proches. La figure 5.4 illustre la démarche appliquée :

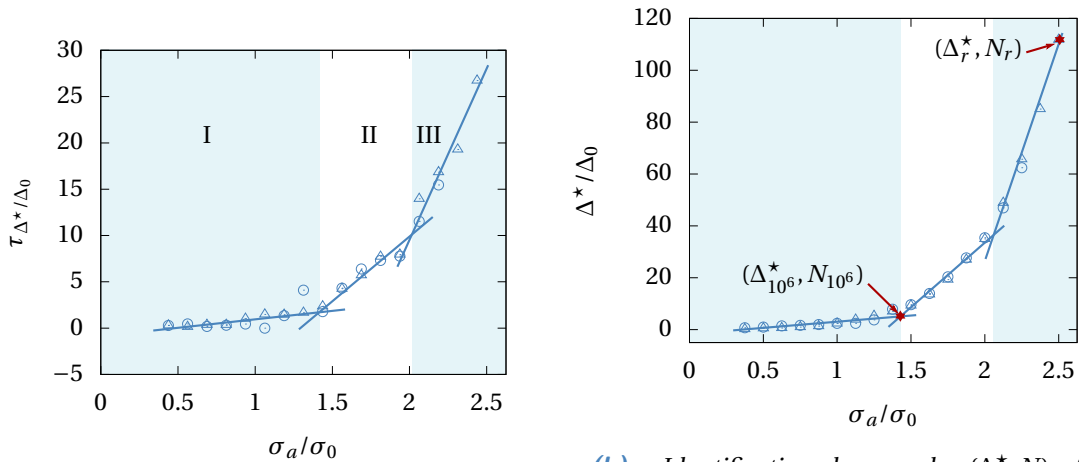
- nous proposons d'identifier trois régimes sur la courbe du taux d'évolution d'un palier de chargement à l'autre. Ce taux d'évolution, défini comme une différence centrée en amplitude de contrainte, est calculé comme étant la différence :

$$\sigma_a^t + \frac{\sigma_a^{t+1} - \sigma_a^t}{2} \rightarrow \Delta^*(\sigma_a^{t+1}) - \Delta^*(\sigma_a^t)$$

Les transitions sont alors identifiées à l'aide des droites portées sur la figure 5.4a puis reportées sur la courbe d'auto-échauffement ;

- le seuil d'activation des mécanismes de fatigue est associé à la transition du premier vers le second régime. Les valeurs d'amplitudes de contrainte et de dissipation intrinsèque associées sont déterminées par l'intersection des pentes des premier et second régimes. Comme proposé par [Jég12; Ser15], nous considérons alors que le couple (Δ^*, N) ainsi obtenu correspond à une durée de vie de 10^6 , valeur identifiée empiriquement.

Les deux couples (Δ_r^*, N_r) et $(\Delta_{10^6}^*, N_{10^6})$ ainsi identifiés permettent d'identifier les paramètres C et b du modèle énergétique proposé équation 5.7.



(a) – Identification des trois régimes de dissipation à partir de l'observation du taux de dissipation d'un bloc de chargement à l'autre pour deux essais d'auto-échauffement sur des éprouvettes de type A-G2-3-0-3

(b) – Identification des couples (Δ^*, N) afin d'identifier le critère de durée de vie en fatigue sur des essais d'auto-échauffement réalisés avec des éprouvettes de type A-G2-3-0-3 après avoir identifié les régimes en observant l'évolution du taux de dissipation d'un bloc de chargement à l'autre

Figure 5.4 – Identification d'un critère de durée de vie énergétique de façon empirique

5.2.2 Origine/Sens physique des régimes

Le critère identifié permet de tracer les courbes de fatigue dans une représentation énergie dissipée/durée de vie, mais également, dans une représentation amplitude de contrainte/durée de vie plus classique. En effet, la courbe d'auto-échauffement permet d'identifier une fonction reliant l'amplitude de contrainte et l'énergie dissipée, ce qui permet d'obtenir les courbes de fatigue dans les deux domaines de façon duale.

La question de la nature physique de ces régimes est évidemment posée. Pour cela, nous pouvons nous tourner vers les simulations de courbes d'auto-échauffement obtenues à partir de la loi de comportement présentée dans le chapitre 4. Comme nous le montrons dans la validation du modèle, la loi de comportement développée permet de prédire de façon très satisfaisante la courbe d'auto-échauffement d'une éprouvette prélevée à 0 degré. Pour une éprouvette de type A-G2-3-0-3, en reportant les régimes identifiés figure 5.4 sur la courbe d'auto-échauffement obtenue numériquement, nous pouvons observer les contributions à chacun des régimes, des différentes variables internes à l'origine des dissipations, figure 5.5.

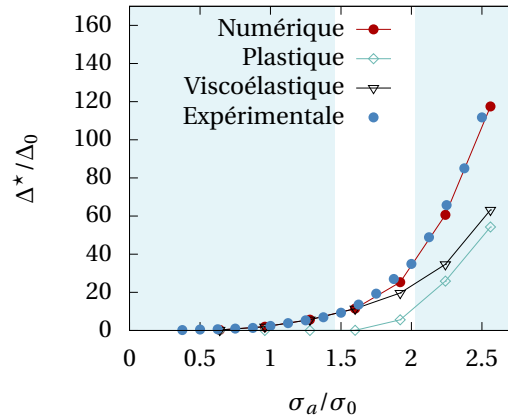


Figure 5.5 – Compréhension des régimes de fatigue à partir de la simulation numérique donnant accès aux contributions des blocs viscoélastique et plastique sur la réponse dissipative. Report des différents régimes identifiés sur la figure 5.4 pour une éprouvette de type A-G2-3-0-3.

L'étude de la réponse numérique et des différentes contributions des blocs viscoélastique et plastique montre que la frontière entre le régime 1 et le régime 2 apparaît dès lors que la dissipation plastique devient non nulle. Pour cet exemple, en $\sigma_a/\sigma_0 = 1.47$, $\Delta_p/\Delta_0 = 0.040$ alors que la dissipation moyenne par cycle plastique était nulle pour $\sigma_a/\sigma_0 = 1.3$ et les blocs de chargement inférieurs. En effet, malgré une très faible contribution du bloc plastique sur la réponse dissipative, l'apparition de l'écrouissage cinématique entraîne une variation du module viscoélastique (voir le chapitre 4). Le régime 3 apparaît ensuite lorsque la participation du bloc plastique à la réponse dissipative devient significative et augmente brutalement. Ainsi, la modélisation actuelle proposée semble expliquer l'origine de ces trois régimes de dissipation en fonction de l'amplitude de chargement.

5.3 Résultats

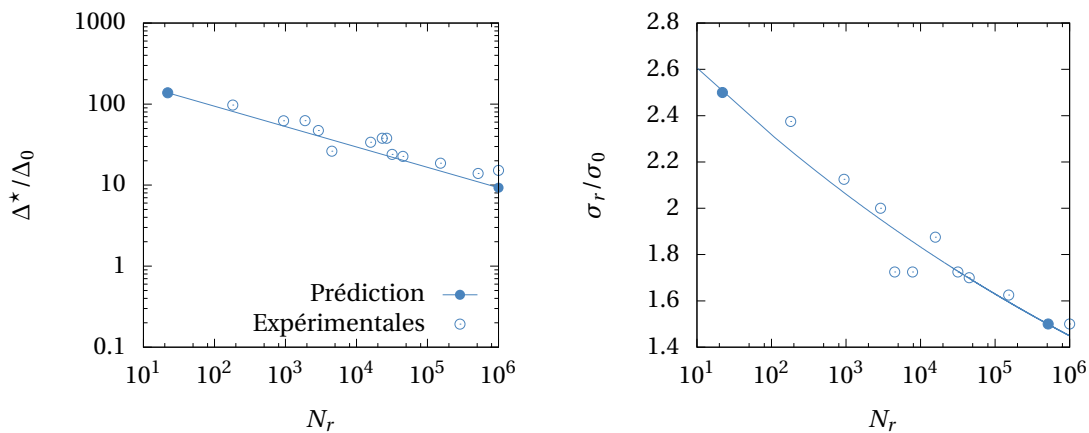
Dans la section précédente, nous avons présenté la procédure d'identification empirique d'un critère de durée de vie énergétique à partir de la procédure d'auto-échauffement. Dans cette sec-

tion, nous présentons quelques résultats obtenus par application de cette méthode aux essais d'auto-échauffement présentés dans le chapitre 3 page 43.

Nous souhaitons mettre en évidence plusieurs résultats : 1) vérifier l'applicabilité de la méthode sous ces hypothèses pour un exemple donné en comparant le critère obtenu avec la démarche de caractérisation rapide à des points de fatigue conventionnels; 2) étudier l'influence de l'orientation moyenne des fibres sur le critère de durée de vie énergétique et en amplitude de contrainte; 3) vérifier la sensibilité de la démarche pour comparer différents grades de matériaux. Ce point trouve toute son importance dans le domaine industriel où pouvoir réaliser un « screening matériaux » avec les méthodes de caractérisation rapide permettrait de sélectionner quelques matériaux adéquats très rapidement.

5.3.1 Confrontation aux prédictions

Dans un premier temps, nous proposons de confronter la prédiction empirique du critère énergétique aux résultats de fatigue conventionnels obtenus pour des éprouvettes de types A-G1-4-0- [1-2-3], figure 5.6. Pour chaque essai de fatigue, nous avons évalué par thermographie infrarouge la dissipation intrinsèque selon le protocole présenté chapitre 3 page 43.



(a) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue. Comparaison entre les données expérimentales et prédiction du critère.

(b) – Courbe d'endurance tracée en amplitude de contrainte. Comparaison les données expérimentales et prédiction du critère.

Figure 5.6 – Confrontation du critère de durée de vie identifié empiriquement avec des points de fatigues classiques pour des éprouvettes de types A-G1-4-0- [1-2-3]

La corrélation observée est très satisfaisante entre les données expérimentales de fatigue et la prédiction du modèle énergétique, ce qui valide l'approche de détermination rapide utilisée. Notons également que cette approche conduit à un critère légèrement conservatif.

Comme évoqué dans la section précédente, nous pouvons également tracer une représentation amplitude de contrainte/durée de vie. Pour cela, il suffit d'identifier l'expression analytique décrivant la courbe d'auto-échauffement et reliant l'amplitude de contrainte à l'énergie dissipée cyclique moyenne, puis d'appliquer le critère énergétique pour relier l'amplitude de contrainte à la durée de vie. La figure 5.6b montre la comparaison entre les données expérimentales et la prédiction du critère en fatigue. Dans cette représentation également, la prédiction du critère est très satisfaisante.

Nous pouvons alors conclure que la démarche empirique de détermination d'un critère de durée de vie énergétique tel que présenté dans la section précédente semble s'appliquer avec succès au matériau A de l'étude.

5.3.2 Influence de l'orientation

Dans la section précédente, nous avons montré que la démarche empirique de détermination d'un critère de durée de vie énergétique permet d'obtenir une bonne corrélation entre les essais de fatigue classiques et la prédiction. Dans cette section, nous appliquons la démarche aux résultats d'auto-échauffement obtenus sur les éprouvettes amincies pour différentes orientations de prélèvement, voir chapitre 3, section 3.4.3 page 76.

Nous présentons les résultats de prédiction de critère énergétique en fatigue et la correspondance en critère énergétique en amplitude de contrainte sur la figure 5.7. Étant donné la complexité et le temps nécessaire pour réaliser les éprouvettes amincies, nous n'avons pas généré de points de fatigue conventionnels pour celles-ci. Nous proposons une comparaison avec les résultats de fatigue conventionnels obtenus avec des éprouvettes « complètes » de type A-G1-4-0- [1-2-3] présentés dans le paragraphe précédent.

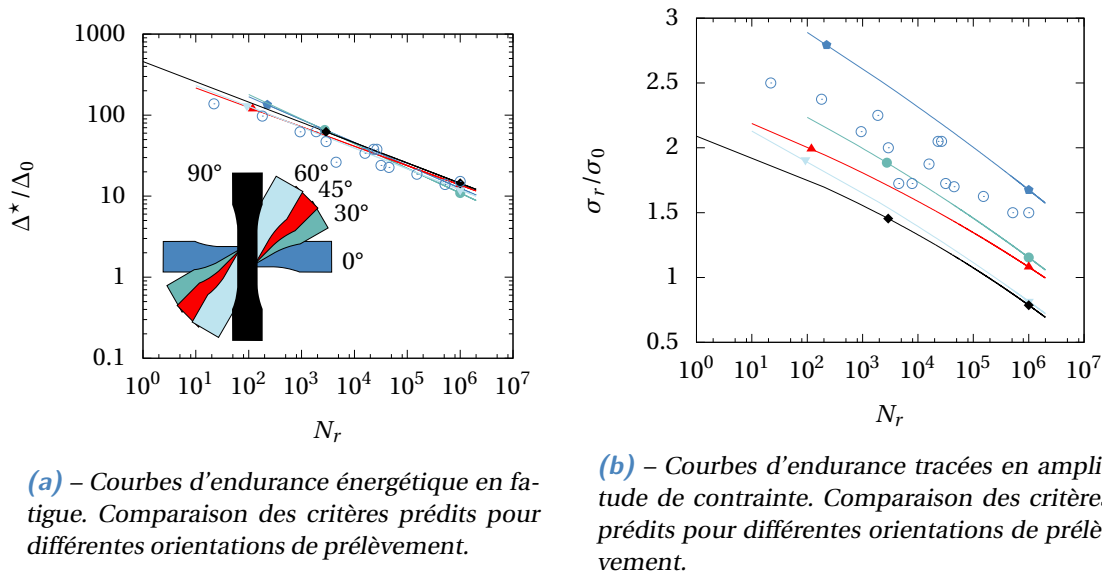


Figure 5.7 – Comparaison des critères de durée de vie prédits pour différentes orientations de prélèvement.

Nous pouvons constater que la prédiction du critère énergétique de durée de vie pour chacune des orientations conduit à l'obtention d'un critère tendant à être unifié, quelle que soit l'orientation moyenne de fibres. La variation de pente visible restant dans l'intervalle de sensibilité du dépouillement graphique présenté par SERRANO [Ser15]. Notons aussi que le critère ainsi obtenu est légèrement supérieur à celui obtenu à partir des éprouvettes complètes de 4mm d'épaisseur pouvant laisser supposer que la structure de type cœur/peau pourrait avoir un impact sur la durée de vie en générant des chargements complexes défavorables comme du cisaillement.

En observant les critères de durée de vie en amplitude de contrainte, nous retrouvons un classement habituel des courbes de fatigue : plus les fibres sont orientées dans le sens de la sollicitation et plus la durée de vie sera importante. Nous retrouvons également que les points de fatigue conventionnels obtenus sur éprouvettes complètes prélevées à 0° possèdent une durée de vie moins importante qu'une éprouvette amincie prélevée à 0°. Nous pouvons alors interpréter ce résultat de trois façons : 1) l'orientation moyenne d'une éprouvette complète à 0° est moins bien orientée dans le sens de la sollicitation qu'une éprouvette amincie prélevée à 0° en raison de la présence des zones de transitions cœur/peau et du cœur; 2) le gradient de microstructure sur l'épaisseur induit la présence de chargements complexes comme du cisaillement, défavorable à la durée de vie; 3) le phénomène de désorientation des fibres au cœur est également défavorable pour la durée de vie. En effet, la répartition plus aléatoire des fibres provoque des modes d'endommagements moins favorables à la durée de vie en fatigue [Kli09; Kli+11a; NTK01; RSR16], ce qui pourrait expliquer la moins bonne tenue en fatigue des éprouvettes complètes. Pour vérifier ce point, il pourrait être intéressant de générer des éprouvettes amincies en ne conservant que le cœur afin d'étudier l'effet sur la durée de vie de la désorientation des fibres.

Nous pouvons conclure que, pour cette famille de matériau, le critère en fatigue énergétique identifié empiriquement avec une loi de type Basquin intègre pleinement l'effet de la microstructure. Une campagne expérimentale complémentaire plus étoffée est indispensable pour affiner ces conclusions.

5.3.3 Influence d'une variation du matériau

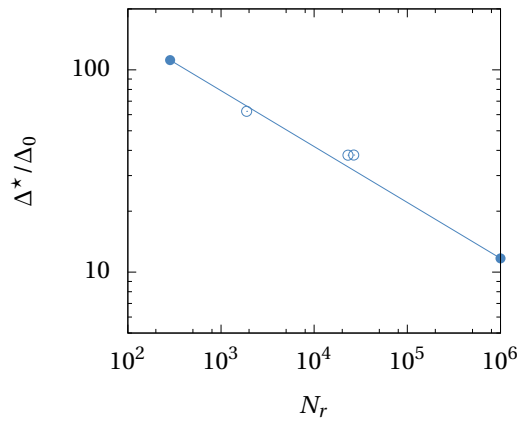
Dans ce paragraphe, nous reprenons l'étude comparative des quatre matériaux à base de PEEK ou dérivé renforcés à 30% ou 40% en masse de fibres courtes de carbone, voir chapitre 2 page 8 et tableau 5.1. Dans le chapitre 3 à la section 3.4.5 page 82, nous avons présenté les courbes d'auto-échauffements obtenues pour chacun des quatre matériaux sur des éprouvettes de type A-G2-3-0- [2-3]. Les identifications empiriques des critères énergétiques et en amplitude de contrainte sont comparées aux points de fatigue conventionnels et présentées sur les figures 5.8, 5.9 et 5.10.

Référence	Matrice	Taux de renfort
<i>A</i>	type 1	30%
<i>B</i>	type 2	30%
<i>C</i>	type 3	30%
<i>D</i>	type 2	40%

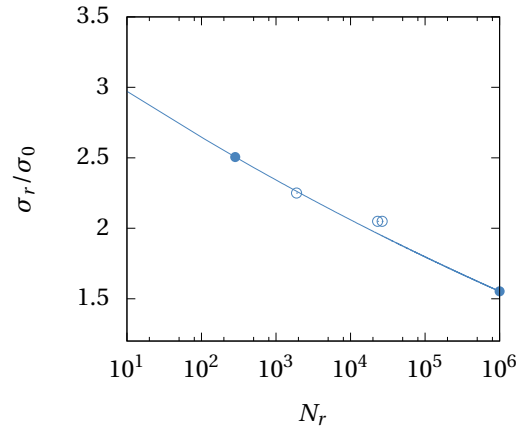
Table 5.1 – Synthèse des différences entre les matériaux A, B, C et D

Pour les matériaux *A*, *B* et *C*, nous retrouvons une très bonne estimation de la durée de vie en fatigue avec la méthode empirique d'identification du critère énergétique. Le matériau *D*, possédant un renfort massique de 40%, montre cependant une dispersion un peu plus importante des résultats conventionnels en fatigue qui est ressentie sur la précision du critère identifié, notamment en contrainte.

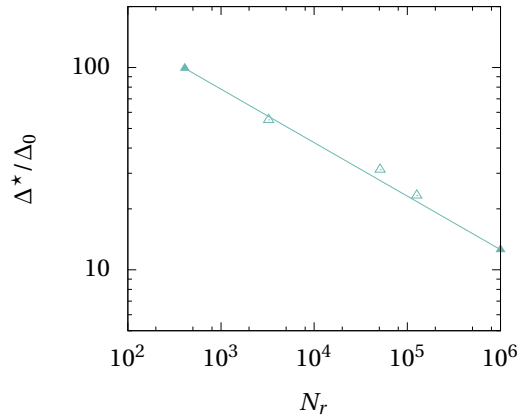
La figure 5.10 compare les résultats obtenus pour les quatre matériaux. Nous retrouvons alors des courbes de durée de vie très similaires pour les matériaux *A* et *B* qui proviennent de deux fournisseurs matériaux différents. Les critères énergétiques confirment également que la durée de vie du matériau *C* est inférieure aux trois autres en se référant aux données expérimentales conventionnelles en amplitude de contrainte. D'un point de vue énergétique, le matériau *D* semble avoir une durée de



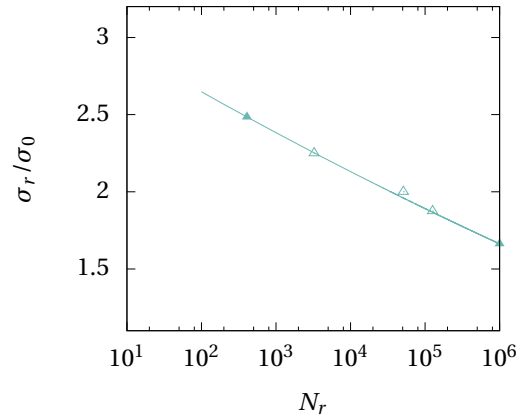
(a) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue du matériau A



(b) – Courbe d'endurance énergétique en amplitude de contrainte du matériau A

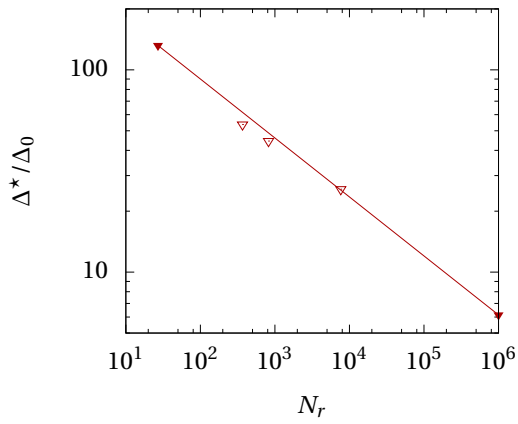


(c) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue du matériau B

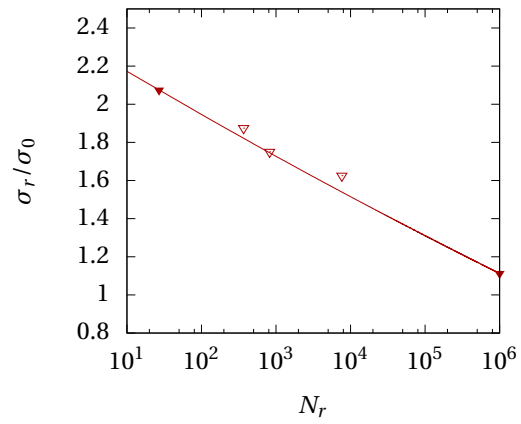


(d) – Courbe d'endurance énergétique en amplitude de contrainte du matériau B

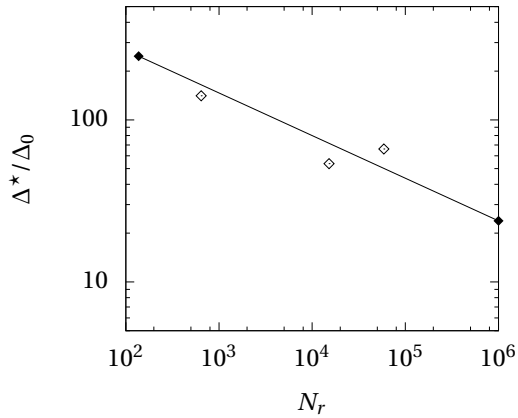
Figure 5.8 – Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les matériaux A et B.



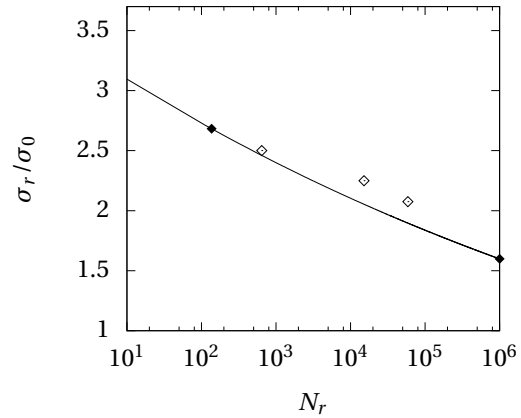
(a) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue du matériau C



(b) – Courbe d'endurance énergétique en amplitude de contrainte du matériau C

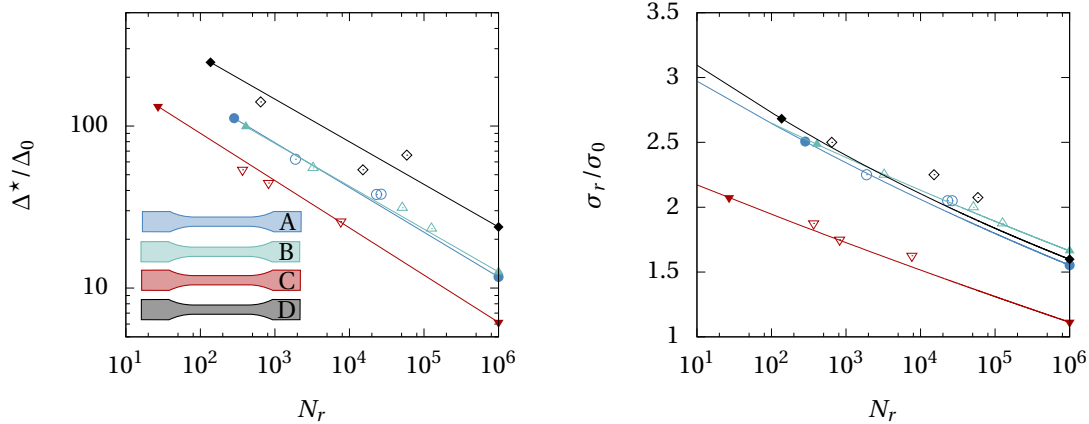


(c) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue du matériau D



(d) – Courbe d'endurance énergétique en amplitude de contrainte du matériau D

Figure 5.9 – Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les matériaux C et D.



(a) – Courbe d'endurance énergétique en fatigue des différents matériaux

(b) – Courbe d'endurance énergétique en amplitude de contrainte des différents matériaux

Figure 5.10 – Comparaison des critères de durée de vie prédits pour les quatre matériaux de l'étude.

vie supérieure aux trois autres. Ce résultat semble être légèrement confirmé par les données expérimentales conventionnelles en amplitude de contrainte. Cependant, le critère obtenu en amplitude de contrainte montre que les matériaux A, B et D possèdent une durée de vie similaire à la sensibilité du dépouillement graphique près. Autre fait remarquable, les pentes des critères énergétiques sont très proches les unes des autres pour les quatre matériaux.

Ce paragraphe montre que le protocole d'auto-échauffement permet, pour cette famille de matériaux, d'établir de façon empirique une estimation du critère énergétique de durée de vie en une demi-journée d'essais et avec une seule éprouvette par matériau. Nous pouvons ensuite obtenir de façon duale un critère de durée de vie en amplitude de contrainte permettant de comparer rapidement les différents matériaux. Cette notion de *screening matériaux* est très intéressante pour les études amonts des applications industrielles.

5.4 Bilan, discussion et perspectives

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'application d'une démarche de caractérisation rapide de la durée de vie aux matériaux de l'étude basée sur le protocole d'auto-échauffement présenté dans le chapitre 3 page 43.

Nous commençons par réaliser un état de l'art de la caractérisation en fatigue des matériaux. Les résultats expérimentaux des essais de fatigue conventionnels montrent que nous pouvons adopter une approche de dimensionnement en fatigue à l'amorçage et confondre le nombre de cycles à l'amorçage avec celui en rupture. Nous focalisons également l'étude sur les domaines de fatigue oligocyclique et polycyclique.

La durée de vie des thermoplastiques fibrés est multifactorielle. Nous retrouvons une influence de l'environnement, une influence du chargement et de la contrainte moyenne, une influence de la multiaxialité du chargement, mais aussi une influence de la microstructure. Nous présentons qu'il existe alors différentes natures de critères dans la littérature correspondant à l'approche de dimen-

sionnement choisi. Une première famille se base sur les grandeurs mécaniques et une seconde sur les grandeurs énergétiques. Dans cette étude, nous étudions plus particulièrement la seconde qui permet l'emploi de méthode de caractérisation rapide par mesure de l'évolution thermique du matériau sous chargement cyclique (méthode d'auto-échauffement).

Ces dernières années, plusieurs auteurs proposent des méthodes de caractérisation rapide en auto-échauffement qui ont montré des résultats très satisfaisants pour prédire la durée de vie des thermoplastiques fibrés. Dans notre étude, suites aux choix faits dans le chapitre 3 concernant la caractérisation thermomécanique et l'établissement des courbes d'auto-échauffement, nous faisons le choix de poursuivre l'étude avec une analyse en régime transitoire. En utilisant cette approche, certains auteurs proposent un dépouillement graphique de la courbe d'auto-échauffement en trois régimes permettant l'identification empirique d'un critère en fatigue selon une loi de Basquin.

Nous appliquons ce protocole aux différents matériaux de l'étude. Dans un premier temps, nous proposons une procédure d'identification des trois régimes en utilisant les courbes de taux de dissipation intrinsèque moyenne et les courbes d'auto-échauffement. L'existence de tels régimes prend un sens physique en observant la réponse numérique du modèle de comportement développé dans le chapitre 4 page 85. En effet, l'établissement d'une courbe d'auto-échauffement numérique, corrélant de façon très satisfaisante avec les données expérimentales, permet d'accéder aux contributions des blocs plastique et viscoélastique à la réponse dissipative. Il est alors mis en évidence que la frontière entre le régime I et II correspond à l'apparition d'une contribution non nulle du bloc plastique, l'apparition de la plasticité augmentant la viscoélasticité du matériau (voir chapitre 4). La frontière entre le régime II et III est ensuite définie par l'augmentation brutale de la contribution plastique à la réponse dissipative.

Ensuite, dans un premier temps, nous vérifions l'applicabilité de la méthode à des éprouvettes de type A-G1-4-0-[1-2-3] en comparant les prédictions du critère à des points de fatigue conventionnels. Comme nous le montrons, la corrélation entre le modèle énergétique et sa forme duale en amplitude de contrainte est très satisfaisante. Ces premiers résultats montrent l'intérêt de l'emploi du protocole de caractérisation rapide qui permet alors d'obtenir une courbe de Wöhler en une demi-journée d'essais et avec une seule éprouvette.

Dans un second temps, nous étudions l'influence de la microstructure sur la tenue en fatigue. Pour cela, nous identifions les critères de durée de vie pour des éprouvettes amincies prélevées à 0°, 30°, 45°, 60° et 90°. Nous constatons alors une unification des critères énergétiques déterminés, ce qui semble signifier que le critère énergétique est indépendant de l'orientation moyenne des fibres. La forme duale en amplitude de contrainte montre une classification attendue des courbes de Wöhler en fonction de la raideur des différentes orientations. Nous montrons également que les éprouvettes complètes prélevées à 0° ont une durée de vie moins importante que les éprouvettes amincies prélevées à 0°. Différentes hypothèses semblent envisageables pour expliquer ce phénomène impliquant de compléter la base expérimentale notamment en réalisant des éprouvettes amincies qui ne conservent que le cœur afin d'étudier l'influence d'une orientation plus aléatoire des fibres sur la durée de vie en fatigue.

Enfin, nous étudions la sensibilité du protocole à départager les tenues en fatigue de matériaux similaires. Pour cela, nous appliquons le protocole de caractérisation rapide aux quatre matériaux de l'étude pour des éprouvettes possédant des microstructures comparables. Nous retrouvons alors que les matériaux A et B sont très similaires avec des tenues en fatigue comparables et nous montrons également que le matériau D possède une durée de vie similaire. Cependant, la tenue en fatigue du matériau C est bien inférieure. Ainsi, en une demi-journée d'essais et une seule éprouvette pour chaque matériau, nous sommes en mesure de donner des estimations des courbes de Wöhler suffisamment précises pour orienter une première sélection des matériaux pouvant correspondre à l'application industrielle visée. La notion de *screening matériaux* ainsi développée prend tout son sens pour les

applications industrielles actuelles.

Les principales perspectives de ce chapitre sont d'étoffer la base expérimentale. En effet, lors de l'étude de l'influence de l'orientation, la comparaison entre les résultats obtenus sur éprouvettes amincies et éprouvettes complètes soulève des questions nécessitant plusieurs pistes d'exploration : 1) quelle est l'influence de la désorientation des fibres dans la zone de cœur? et 2) quelle est l'influence de la multiaxialité du chargement? Pour les applications visées, il est également souhaitable de compléter l'étude proposée pour différent rapport de charge en ajoutant également des sollicitations cycliques en compression. Il est également important de compléter cette étude en incorporant les paramètres environnementaux vus par la pièce : température de fonctionnement allant jusqu'à 70°C et présence de divers fluides aéronautiques.

Enfin, l'objectif final serait d'affiner le critère énergétique développé afin qu'il décrive les multi facteurs de tenue en fatigue afin de pouvoir, en complément de la loi de comportement, obtenir par simulation numérique des champs de durée de vie.

Pour chaque fin il y a toujours un nouveau départ.

ANTOINE DE SAINT-ÉXUPÉRY
Le Petit Prince

Conclusions & Perspectives

L'emploi des thermoplastiques fibrés est en pleine expansion dans le milieu industriel. En effet, leur mise en œuvre à partir du procédé d'injection et leurs capacités mécaniques pour une densité faible en font des matériaux de choix pour la réalisation de pièces à l'échelle industrielle, notamment dans le domaine des transports où l'enjeu majeur est une réduction de la masse des véhicules.

Cependant, l'utilisation de ces matériaux se heurte à certains verrous technologiques liés à la nature du renfort composé de fibres courtes. En effet, la répartition des fibres se fait pendant le procédé d'injection, limitant ainsi les possibilités du contrôle de la microstructure. Ajoutons également que l'écoulement visqueux lors de l'injection répartit les fibres dans l'épaisseur avec des organisations microstructurales complexes et variées (effet cœur/peau, ligne de resoudure, etc.). Il est alors, à ce jour, encore difficile de prévoir avec précision les comportements mécaniques et la tenue en fatigue tant ces réponses sont dépendantes de la microstructure locale.

Objectif global

L'objectif principal de cette thèse vise à proposer des outils afin d'alimenter la démarche de conception en fatigue de matériaux thermoplastiques thermostables (matrice PEEK) renforcés en fibres de carbone à hauteur de 30% et 40% en masse (voir figure 6.1).

Cette démarche de conception nécessite en premier lieu de connaître la microstructure des éprouvettes étudiées par caractérisation et/ou par prédiction (chapitre 2). Les essais mécaniques (chapitre 4) et thermomécaniques (chapitre 3) sur éprouvettes permettent ainsi de proposer et d'identifier une loi de comportement thermomécanique adaptée à des sollicitations mécaniques cycliques (chapitre 4).

D'autre part, il est possible d'établir un critère de fatigue énergétique (chapitre 5) en utilisant les méthodes de caractérisation rapide basées sur les mesures thermographiques d'une éprouvette sous chargement cyclique (chapitre 3).

La finalité étant de pouvoir proposer une démarche de calcul liant l'ensemble de ces aspects. Nous pourrions ainsi obtenir une chaîne de calcul qui, partant de la connaissance de la microstructure lo-

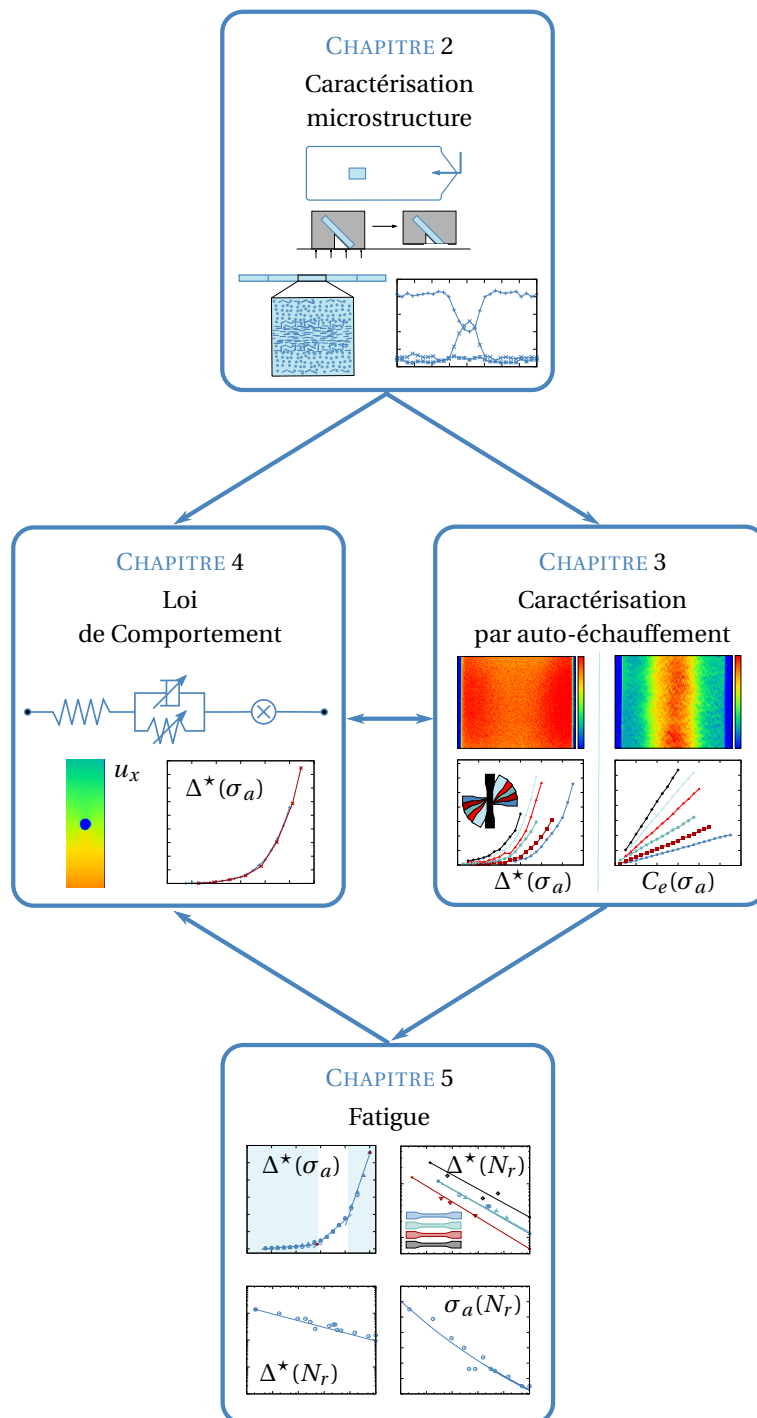


Figure 6.1 – Logigramme du manuscrit de thèse en fonction des principaux objectifs

cale (simulation d'injection ou caractérisation expérimentale), permettrait d'obtenir les champs numériques de durée de vie locale.

Caractérisation et prédiction de la microstructure

La connaissance de la microstructure réelle des structures et/ou éprouvettes étudiées est un point clef pour la prédiction de la réponse de ces éléments à une sollicitation mécanique cyclique. Pour cela, nous avons adapté et validé un outil de description expérimentale de la microstructure (voir chapitre 2). Cet outil se base sur la détection des contours ellipsoïdaux formés par l'intersection des fibres avec des plans de coupe d'échantillon. L'analyse se fait sur des coupes d'observation inclinées à 45° par rapport à la direction principale d'écoulement de la matière durant le procédé d'injection, avec la méthode des seconds moments d'inertie. Nous obtenons alors des tenseurs d'ordre 2 moyennés représentant la distribution d'orientation de la surface analysée.

Une première perspective à cette étude de caractérisation de la microstructure serait de mesurer d'autres caractéristiques microstructurales comme les porosités, les concentrations locales de fibres, la distance moyenne inter fibres, etc., ces facteurs pouvant influencer le comportement mécanique, mais aussi le comportement en fatigue.

Aussi, il serait intéressant de tester cet outil sur des cas d'études plus complexes (éprouvettes de structure et pièces industrielles). L'obtention des plans de coupe étant alors plus délicate à réaliser.

Enfin, il serait intéressant de mener une étude comparative approfondie entre les caractérisations expérimentales et les simulations d'injection. Cela pourrait permettre notamment d'ajuster les paramètres des simulations rhéologiques et ainsi d'obtenir des résultats numériques cohérents avec la microstructure réelle.

Caractérisation par auto-échauffement

La caractérisation des sources thermiques intrinsèques au matériau par auto-échauffement présentée dans le chapitre 3 vise à établir les courbes d'auto-échauffement pour les matériaux de l'étude. Cette caractérisation sert à la fois à la validation de la loi de comportement proposée dans le chapitre 4 et à l'établissement des critères d'endurance énergétiques dans le chapitre 5.

Pour cela, nous utilisons des mesures infrarouges sur des éprouvettes sous chargement cyclique. Nous appliquons une calibration compensée pixel-à-pixel nous permettant d'avoir de très bonnes résolutions thermiques. Pour identifier le couplage thermo-élastique et la réponse dissipative intrinsèque moyenne par cycles, nous procédons à une analyse en régime transitoire en utilisant l'évolution temporelle thermique de chaque pixel. Pour cela, nous avons mis en place un protocole de post-traitement des films infrarouges visant à recalcr les images de façon à pouvoir faire correspondre l'évolution thermique temporelle d'un pixel à celle d'un point matériel local.

Afin de définir un cadre d'analyse mieux maîtrisé, comme présenté dans le chapitre 2, nous proposons de réaliser l'étude de caractérisation sur des éprouvettes amincies. En effet, les éprouvettes amincies, obtenues en ne conservant que la peau des éprouvettes issues des plaques injectées, permettent d'avoir une éprouvette avec une répartition de fibres presque unidirectionnelle avec une orientation moyenne mieux maîtrisée. Ce cadre d'étude permet d'obtenir des courbes d'auto-échauffement pour chacune des orientations et de retrouver un classement logique vis-à-vis des raideurs respectives.

La caractérisation sur la face et sur la tranche des éprouvettes complètes montre que nous obtenons les mêmes valeurs de dissipation intrinsèque moyenne en peau et sur la tranche. Cela permet de vérifier la validité d'une analyse basée sur de la caractérisation thermique de surface.

Conclusions & Perspectives

Enfin, l'analyse sur la tranche avec le protocole d'identification pixel-à-pixel permet de décrire les gradients de couplage thermo-élastique et, lorsqu'il existe, de dissipation intrinsèque moyenne par cycles, en un très faible nombre de cycles de sollicitation.

Une perspective d'amélioration de cette étude serait d'évaluer les propriétés de conduction anisotrope. Cela aurait deux conséquences : 1) cela lèverait le doute sur la validité de l'hypothèse que la transformation peut être considérée comme presque adiabatique; 2) cela permettrait de réaliser des simulations thermomécaniques plus complètes avec la loi de comportement proposée dans le chapitre 4. Cela permettrait notamment d'exploiter les mesures de couplage thermo-élastique.

Nous montrons en particulier sur la figure 3.24 page 77 que l'évolution du couplage thermo-élastique moyen en fonction de l'amplitude de chargement dépend de l'orientation moyenne des fibres. Une seconde perspective est de pouvoir modéliser ce phénomène. Ainsi, nous pourrions utiliser les champs de dissipation et couplage thermo-élastique mesurés afin de réaliser une identification inverse de la loi de comportement proposée, en étoffant ainsi la base expérimentale.

Enfin, il serait intéressant d'élargir les échelles d'observation du protocole proposé. Nous pourrions d'une part l'appliquer sur une structure industrielle complexe (comme proposé par certains auteurs [Ser15]), et d'autre part, appliquer le protocole à l'échelle de quelques fibres afin de mieux comprendre l'interaction fibre/matrice et les mécanismes d'endommagement (proposé par certains auteurs pour l'étude de matériaux élastomères chargés [Mas14]).

Proposition d'une loi de comportement thermomécanique

Dans le chapitre 4, nous proposons une loi de comportement élastique viscoélastique plastique non linéaire originale afin de modéliser le comportement cyclique du matériau *A*. La première originalité provient de la dépendance de la raideur viscoélastique à l'évolution de l'écroutissage cinématique permettant de décrire finement l'évolution de la raideur élastique équivalente du matériau pour une grande gamme d'effort, à la fois durant les phases de charges et de décharges. La deuxième originalité provient de l'évolution rhéofluidifiante de la viscosité permettant de décrire une large gamme de vitesse de déformation. Enfin, nous avons montré qu'il n'était pas nécessaire, pour le cadre de cette étude, d'inclure des blocs de modélisation d'endommagement ou d'adoucissement.

Il en résulte un modèle compact à 8 paramètres. Nous avons mis en place une stratégie d'identification ciblée originale permettant d'identifier de façon robuste ces paramètres avec un seul essai cyclique complexe. La proposition uniaxiale permet d'obtenir une très bonne description de la réponse mécanique pour des temps de caractérisation différents pour des éprouvettes prélevées à 0° et une bonne description pour celles prélevées à 90°.

Nous proposons ensuite une généralisation de la loi proposée à une forme tridimensionnelle anisotrope écrite dans le cadre des matériaux standards généralisés. Nous obtenons une très bonne description de la réponse mécanique (validation sur des mesures de champs de déplacement 2D) pour des sollicitations complexes (éprouvettes percées), mais surtout, et c'était le principal objectif, de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle avec une analyse 0D pour les éprouvettes prélevées à 0°. Comme pour le cas uniaxial, la description de la réponse mécanique est bonne pour les éprouvettes prélevées à 90°, mais moins précise que pour les éprouvettes prélevées à 0°. Aussi, bien que l'évolution de la courbe d'auto-échauffement simulée soit cohérente par rapport à celle expérimentale, le modèle ne permet pas encore d'obtenir une estimation quantifiée de celle-ci pour les orientations moyennes de fibres proches de 90°.

Les principales pistes d'amélioration de cette modélisation sont d'améliorer la description de l'évolution de la dissipation moyenne par cycle pour les orientations de prélèvement autres que 0°. Pour cela, plusieurs pistes sont exploitables : 1) revoir les hypothèses de généralisation tridimension-

Conclusions & Perspectives

nelle anisotrope de la loi de comportement; 2) incorporer les mesures thermomécaniques à la base d'identification afin d'ajouter les éventuels phénomènes manquant à la modélisation.

Il serait également intéressant d'étudier l'influence d'une partition sphérique et déviatorique de la viscoélasticité dans la modélisation tridimensionnelle du matériau, certains auteurs montrant qu'une telle partition est essentielle pour décrire correctement le comportement de ce genre de matériaux.

Enfin, il serait intéressant de valider la modélisation proposée pour des cas tridimensionnels notamment en réalisant des comparaisons essais/calculs sur des pièces industrielles complexes.

Durée de vie en fatigue : caractérisation rapide

Dans le chapitre 5, nous utilisons les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre 3 en appliquant le protocole d'auto-échauffement afin d'appliquer un protocole de caractérisation rapide des propriétés en fatigue basé sur la méthode d'auto-échauffement pour différents cas d'études.

Une originalité de l'étude porte sur l'obtention des champs d'énergie dissipée après une identification pixel-à-pixel à la fois sur la tranche et sur la face de l'éprouvette. Cela permet d'une part de montrer que les champs d'énergie dissipée obtenue sur la face (microstructure surfacique homogène) et sur la tranche (gradient de microstructure dans l'épaisseur) sont identiques pour l'ensemble des blocs de chargement cyclique (excepté dans le cas particulier des éprouvettes de 8 mm d'épaisseur sur le dernier bloc de chargement). D'autre part, cela permet d'obtenir une courbe d'auto-échauffement moins bruitée que si l'identification était réalisée sur l'évolution moyenne temporelle.

Nous proposons alors un protocole d'identification empirique d'un critère de fatigue basé sur une loi de type Basquin. Pour cela, nous séparons la courbe d'auto-échauffement en trois régimes distincts. L'intersection du premier et second régime correspondant à une durée de vie fixée empiriquement à 10^6 cycles. La loi de comportement développée dans le chapitre 4 améliore la compréhension de l'existence de ces régimes grâce à l'étude de la contribution de chaque bloc de modélisation à la réponse dissipative. En particulier, nous mettons en évidence le rôle de la plasticité dans les régimes II (activation de non-linéarité du bloc viscoélastique) et III (évolution plastique forte).

Nous mettons également en avant que le protocole ainsi proposé est applicable aux matériaux de l'étude et permet une très bonne prédiction de la courbe de Wöhler en énergie dissipée, mais aussi pour les courbes classiques tracées en amplitude de contrainte. Nous montrons également que le critère énergétique ainsi proposé semble indépendant de l'orientation moyenne des fibres. Enfin, nous mettons en avant la possibilité d'utiliser dans le cadre industriel ce protocole de caractérisation rapide en fatigue comme outil de « screening matériaux ».

De nombreuses perspectives à ce chapitre sont envisagées. La première serait d'améliorer la compréhension du rôle de la localisation/mécanismes de plasticité et d'endommagement sur la durée de vie en fatigue. Pour cela, une analyse à une échelle plus fine et la réalisation d'essais interrompus seraient intéressantes.

Ensuite, il pourrait être intéressant de définir un protocole d'analyse continue de la courbe d'auto-échauffement et de mettre en place une analyse probabiliste en utilisant un critère plastique ou micro plastique tel qu'utilisé pour certains matériaux métalliques.

Aussi, nous avons montré qu'il pourrait y avoir un effet des gradients de microstructure et/ou de la désorientation des fibres notamment dans les zones de cœur sur la durée de vie. Il est donc primordial de poursuivre l'étude pour mieux comprendre ces cas tridimensionnels (éprouvette amincie en cœur, éprouvettes épaisses, structures industrielles complexes, etc.).

Enfin, il est important d'étendre cette étude à d'autres rapports de charge et d'autres histoires de chargement comme le cumul et le fluage afin de compléter le critère de fatigue énergétique proposé et le rendre applicable à l'étude d'une pièce industrielle où les complexités géométriques induisent des chargements locaux multiaxiaux complexes.

Bibliographie

- [AB00] JM AMBRICO et MR BEGLEY. « Plasticity in fretting contact ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 48.11 (2000), p. 2391–2417.
- [Adv87] S. G. ADVANI et C. L. TUCKER III. « The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composite ». In : *Journal of Rheology* 31:751 (1987).
- [Ami+06] Sébastien AMIABLE et al. « A comparison of lifetime prediction methods for a thermal fatigue experiment ». In : *International Journal of Fatigue* 28.7 (2006), p. 692–706.
- [Amm01] Amine AMMAR. « Modélisation numérique de la cristallisation induite par l'écoulement d'un thermoplastique. Application à l'injection. » Thèse de doct. ENS Cachan, 2001.
- [And10] A ANDRIYANA, N BILLON et L SILVA. « Mechanical response of a short fiber-reinforced thermoplastic: Experimental investigation and continuum mechanical modeling ». In : *European Journal of Mechanics - A/Solids* 29.6 (2010), p. 1065–1077. ISSN : 0997-7538.
- [Arg05] ARGON, GALESKI et KAZMIERCZAK. « Rate mechanisms of plasticity in semi-crystalline polyethylene ». In : 46 (2005), p. 11798–11805. DOI : 10.1016/j.polymer.2005.06.126.
- [Ari+14] Muhamad Fatikul ARIF et al. « Multiscale fatigue damage characterization in short glass fiber reinforced polyamide-66 ». In : *Composites Part B: Engineering* 61 (2014), p. 55–65.
- [Arm66] PJ ARMSTRONG et CO FREDERICK. « A mathematical representation of the multiaxial baushinger effect ». In : *CEGB report RD/B/N731* (Berkeley Nuclear Laboratories) (1966).
- [Auc09] Jérémie AUCHER. « Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable ». Thèse de doct. INSA Rouen, 2009. URL : <http://www.theses.fr/2009ISAM0012>.
- [Avè98] Luc AVÈROUS, JC QUANTIN et A CRESPIY. « Determination of the microtexture of reinforced thermoplastics by image analysis ». In : *Composites Science and Technology* 58 (1998), p. 377–387.
- [Avr+08] Stéphane AVRIL et al. « Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements ». In : *Experimental Mechanics* 48.4 (2008), p. 381.
- [Ayo10] G AYOUB et al. « Modelling large deformation behaviour under loading-unloading of semicrystalline polymers : Application to a high density polyethylene ». In : *International Journal of Plasticity* (2010), 26(3):329–347.
- [Bai91] R BAILEY et B RZEPKA. « Fibre orientation mechanisms for injection molding of long fibres composites ». In : *International Polymer Processing VI* 1 (1991), p. 35–41.
- [Bar05] F BARLAT et al. « Linear transformation-based anisotropic yield functions ». In : *International Journal of Plasticity* 21.5 (2005), p. 1009–1039. ISSN : 0749-6419. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2004.06.004>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641904001160>.

- [Bar12] Y. BARRANGER et al. « Strain Measurement by Digital Image Correlation: Influence of Two Types of Speckle Patterns Made from Rigid or Deformable Marks ». In : *Strain* 48.5 (2012), p. 357–365. ISSN : 1475-1305. DOI : 10.1111/j.1475-1305.2011.00831.x. URL : <http://dx.doi.org/10.1111/j.1475-1305.2011.00831.x>.
- [Bar14] Adil BARNABIA. « Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA66 renforcé de fibres de verre ». Thèse de doct. Université Montpellier II, 2014.
- [Bat00] Claude BATHIAS. « Relation between endurance limits and thresholds in the field of gigacycle fatigue ». In : *Fatigue Crack Growth Thresholds, Endurance Limits, and Design*. ASTM International, 2000.
- [Bay91] Randy Scott BAY. « Fiber orientation in injection-molded composites: A comparison of theory and experiment ». Thèse de doct. University of Illinois at Urbana-Champaign, 1991.
- [BCR14] Adil BENAARBIA, André CHRYSOCHOOS et Gilles ROBERT. « Influence of relative humidity and loading frequency on the PA6. 6 cyclic thermomechanical behavior: Part I. mechanical and thermal aspects ». In : *Polymer Testing* 40 (2014), p. 290–298.
- [BDA10] A BERNASCONI, P DAVOLI et C ARMANNI. « Fatigue strength of a clutch pedal made of reprocessed short glass fibre reinforced polyamide ». In : *International Journal of Fatigue* 32.1 (2010), p. 100–107.
- [Ben12] BENOIT et al. « Cyclic behaviour of structures under thermomechanical loadings: Application to exhaust manifolds ». In : *International Journal of Fatigue* 38 (2012), p. 65–74. ISSN : 0142-1123. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2011.11.012>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112311003082>.
- [Ben87] Y BENVENISTE. « A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite materials ». In : *Mechanics of Materials* 6.2 (1987), p. 147–157. ISSN : 0167-6636. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636\(87\)90005-6](http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636(87)90005-6). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0167663687900056>.
- [Ber+07a] A BERNASCONI et al. « Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6 ». In : *International Journal of Fatigue* 29.2 (2007), p. 199–208.
- [Ber+07b] A BERNASCONI et al. « Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fibreglass reinforced polyamide ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38.3 (2007), p. 710–718.
- [Ber+10] A BERREHILI et al. « Multiaxial fatigue criterion for polypropylene–Automotive applications ». In : *International Journal of Fatigue* 32.8 (2010), p. 1389–1392.
- [Ber01] *Photo Mécanique 2001 : étude du comportement des matériaux et des structures*. GAMAC. Poitiers, France : GAMAC (Groupement pour l'avancement des Méthodes d'Analyse des Contraintes), 2001, 382 p. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00455953>.
- [Ber04] Bruno BERTHEL. « Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers ». Thèse de doct. Université Montpellier II, 2004.
- [Bill15] Noelle BILLON et Jean-Luc BOUVARD. « Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques ». In : *Techniques de l'ingénieur* AM3115 (2015).

- [Bla15] J. BLABER, B. ADAIR et A. ANTONIOU. « Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software ». In : *Experimental Mechanics* 55.6 (2015), p. 1105–1122. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-015-0009-1. URL : <https://doi.org/10.1007/s11340-015-0009-1>.
- [Boi09] Guillaume BOISOT. « Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc ». Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.
- [Bor01] Michel BORNERT, T. BRETHERAU et P. GILORMINI. *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermès science, 2001, 250 pages. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00112720>.
- [Bou04] T. BOULANGER et al. « Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels ». In : *International Journal of Fatigue* 26.3 (2004), p. 221–229. ISSN : 0142-1123. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123\(03\)00171-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123(03)00171-3).
- [Bow74] P B BOWDEN et R J YOUNG. « Deformation mechanisms in crystalline polymers ». In : *Journal of Materials Science* 9.12 (1974), p. 2034–2051. ISSN : 0022-2461. DOI : 10.1007/BF00540553. URL : <http://dx.doi.org/10.1007/BF00540553>.
- [Boy17] BOYARD et al. « Modélisation de la cinétique de cristallisation dans les composites fibreux à matrice thermoplastique ». In : Journées Nationales sur les Composites, 2017.
- [Bra10] L BRASSART, I DOGHRI et L DELANNAY. « Homogenization of elasto-plastic composites coupled with a nonlinear finite element analysis of the equivalent inclusion problem ». In : *International Journal of Solids and Structures* 47.5 (2010), p. 716–729. ISSN : 0020-7683. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2009.11.013>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002076830900448X>.
- [Bré82] P BRÉMOND. « Développement d'une instrumentation infrarouge pour l'étude des structures mécaniques application à l'étude des extrémités de fissure ». Thèse de doct. Université d'Aix-Marseille II, 1982.
- [Bru89] H. A. BRUCK et al. « Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction ». In : *Experimental Mechanics* 29.3 (1989), p. 261–267. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02321405. URL : <https://doi.org/10.1007/BF02321405>.
- [Cal00] William D. CALLISTER. *Science et génie des matériaux*. 5^e éd. Dunod, 2000, p. 393–459. ISBN : 2-10-007092-4.
- [Cam90] Carolyn W. CAMACHO et al. « Stiffness and thermal expansion predictions for hybrid short fiber composites ». In : *Polymer Composites* 11.4 (1990), p. 229–239. ISSN : 1548-0569. DOI : 10.1002/pc.750110406. URL : <http://dx.doi.org/10.1002/pc.750110406>.
- [Car06] O CARPENTIER. « Auscultation de sites miniers par méthodes thermiques. Suivi des réactions de combustion ». Thèse de doct. Université d'Artois, 2006.
- [Car17] V. CARVELLI, A. JAIN et S. LOMOV. *Fatigue of Textile and Short Fiber Reinforced Composites*. Materials Science: Duability and Ageing of Organic Composite Materials. Wiley, 2017. ISBN : 9781786300218. URL : <https://books.google.fr/books?id=tDlKDgAAQBAJ>.
- [Cas06] P.P. CASTANEDA, J.J. TELEGA et B. GAMBIN. *Nonlinear Homogenization and its Applications to Composites, Polycrystals and Smart Materials: Proceedings of the NATO Advanced Research Workshop, held in Warsaw, Poland, 23-26 June 2003*. Nato Science Series II: Springer Netherlands, 2006. ISBN : 9781402026232. URL : <https://books.google.fr/books?id=EhvF3nyAfg0C>.

- [Cas95] P. P. CASTAÑEDA et J. R. WILLIS. « The effect of spatial distribution on the effective behavior of composite materials and cracked media ». In : *Journal of Mechanics Physics of Solids* 43 (1995), p. 1919–1951. DOI : 10.1016/0022-5096(95)00058-Q.
- [CC00] Eric CHARKALUK et Andrei CONSTANTINESCU. « An energetic approach in thermomechanical fatigue for silicon molybdenum cast iron ». In : *Materials at high temperatures* 17.3 (2000), p. 373–380.
- [CCS05] F. CURÀ, Graziano CURTI et R. SESANA. « A new iteration method for the thermographic determination of fatigue limit in steels ». In : *International Journal of Fatigue* 27.4 (2005), p. 453–459.
- [CDM03] A. CONSTANTINESCU, K. DANG VAN et M. H. MAITOURNAM. « A unified approach for high and low cycle fatigue based on shakedown concepts ». In : *Fatigue & fracture of engineering materials & structures* 26.6 (2003), p. 561–568.
- [Cha97a] Jean-Louis CHABOCHE. « Thermodynamic formulation of constitutive equations and application to the viscoplasticity and viscoelasticity of metals and polymers ». In : *International Journal of Solids and Structures* 34.18 (1997), p. 2239–2254. ISSN : 00207683. DOI : 10.1016/S0020-7683(96)00162-X.
- [Cha97b] Jean-Louis CHABOCHE. « Thermodynamic formulation of constitutive equations and application to the viscoplasticity and viscoelasticity of metals and polymers ». In : *International Journal of Solids and Structures* 34.18 (1997), p. 2239–2254.
- [Che17] Saber CHELAGHMA et al. « Étude de la morphologie cristalline du PEKK et modélisation de la cinétique de cristallisation des composites à matrice PEKK ». In : Journées Nationales sur les Composites, 2017.
- [Che92] D. J. CHEN et F. P. CHIANG. « Optimal sampling and range of measurement in displacement-only laser-speckle correlation ». In : *Experimental Mechanics* 32.2 (1992), p. 145–153. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02324726. URL : <https://doi.org/10.1007/BF02324726>.
- [Che96] Chao-Hsun CHEN et Chiang-Ho CHENG. « Effective elastic moduli of misoriented short-fiber composites ». In : *International Journal of Solids and Structures* 33.17 (1996), p. 2519–2539. ISSN : 0020-7683. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0020-7683\(95\)00160-3](http://dx.doi.org/10.1016/0020-7683(95)00160-3). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0020768395001603>.
- [Cho17] Tanguy CHOUPIN et al. « Performances mécaniques de matériaux composites à matrice thermoplastique PEKK liées aux paramètres de mise en œuvre ». In : Journées Nationales sur les Composites, 2017.
- [Cho80] Tsu-Wei CHOU, Seiichi NOMURA et Minoru TAYA. « A Self-Consistent Approach to the Elastic Stiffness of Short-Fiber Composites ». In : *Journal of Composite Materials* 14.3 (1980), p. 178–188. DOI : 10.1177/002199838001400301. URL : <http://dx.doi.org/10.1177/002199838001400301>.
- [Chr12] André CHRYSOCHOOS. « Thermomechanical Analysis of the Cyclic Behavior of Materials ». In : *Procedia IUTAM* 4 (2012), p. 15–26. ISSN : 2210-9838. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.piutam.2012.05.003>.
- [Chu01] D. H. CHUNG et T. H. KWON. « Improved model of orthotropic closure approximation for flow induced fiber orientation ». In : *Polymer Composites* 22(5):636-649 (2001). ISSN : 1548-0569.
- [Chu85] T. C. CHU, W. F. RANSON et M. A. SUTTON. « Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics ». In : *Experimental Mechanics* 25.3 (1985), p. 232–244. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02325092. URL : <https://doi.org/10.1007/BF02325092>.

- [Cin95] J. S. CINTRA et C. L. TUCKER III. « Orthotropic closure approximation for flow-induced fiber orientation ». In : *Journal of Rheology* 39(6):1095-1122 (1995).
- [CL00] André CHRYSOCHOOS et Hervé LOUCHE. « An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation ». In : *International Journal of Engineering Science* 38.16 (2000), p. 1759–1788. ISSN : 0020-7225. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7225\(00\)00002-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7225(00)00002-1). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020722500000021>.
- [Col05] O U COLAK. « Modeling deformation behavior of polymers with viscoplasticity theory based on overstress ». In : *International Journal of Plasticity* (2005), 21(1):145–160.
- [Cor16] Sylvain CORVELEYNA et al. « Influence du vieillissement thermique sous air sur les propriétés mécaniques d'un composite à matrice PEEK renforcée de fibres de carbone courtes ». In : SF2M, 2016. URL : https://sf2m.conference-services.net/resources/1448/5062/pdf/JA2016_0076.pdf.
- [Cou17] Émilie COURVOISIER. « Analyse et modélisation cinétique du vieillissement thermique des matrices PEI et PEEK et ses conséquences sur l'absorption d'eau ». Thèse de doct. École nationale supérieure d'arts et métiers, 2017. URL : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01511525>.
- [Cra13] CRAMMOND, BOYD et DULIEU-BARTON. « Speckle pattern quality assessment for digital image correlation ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 51.12 (2013), p. 1368–1378. ISSN : 0143-8166. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.optlaseng.2013.03.014>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0143816613001103>.
- [Cre14] Jeremy CREVEL. « Étude et modélisation du comportement et de l'endommagement d'un composite injecté à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de carbone ». Thèse de doct. ISAE Toulouse, 2014. URL : <http://www.theses.fr/2014ESAE0003>.
- [Das12a] Marion DASRIAUX. « Évolutions microstructurales du PEEK au dessus de sa température de transition vitreuse lors de maintiens sous pression et température ». Thèse de doct. École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2012.
- [Das12b] Marion DASRIAUX. « Evolutions microstructurales du PEEK au-dessus de sa température de transition vitreuse lors de maintiens sous pression et température ». Thèse de doct. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers, 2012.
- [De +10] M DE MONTE et al. « Multiaxial fatigue of a short glass fibre reinforced polyamide 6.6–Fatigue and fracture behaviour ». In : *International Journal of Fatigue* 32.1 (2010), p. 17–28.
- [Del96] P. DELOBELLE et al. « A model to describe the anisotropic viscoplastic behaviour of Zircaloy-4 tubes ». In : *Journal of Nuclear Materials* 238.2 (1996), p. 135–162. ISSN : 0022-3115. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(96\)00450-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(96)00450-3). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311596004503>.
- [Dét08] Fabrice DÉTREZ. « Nanomécanismes de déformation des polymères semi-cristallins ». Thèse de doct. Université des Sciences et Technologie de Lille, 2008.
- [DMQ10] M DE MONTE, E MOOSBRUGGER et Marino QUARESIMIN. « Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6.6–cyclic loading ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41.10 (2010), p. 1368–1379.

- [Dog03] DOGHRI et OUAAR. « Homogenization of two-phase elasto-plastic composite materials and structures ». In : *International Journal of Solids and Structures* 40.7 (2003), p. 1681–1712. ISSN : 0020-7683. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683\(03\)00013-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683(03)00013-1). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768303000131>.
- [Dog05] I DOGHRI et L TINEL. « Micromechanical modeling and computation of elasto-plastic materials reinforced with distributed-orientation fibers ». In : *International Journal of Plasticity* 21(10):1919-1940 (2005).
- [Doi81] M DOI. « Molecular dynamics and rheological properties of concentrated solutions of rodlike polymers in isotropic and liquid crystalline phases ». In : *Journal of Polymer Science : Polymer Physics Edition* 19(2):229-243 (1981). ISSN : 1542-9385.
- [Dou+05] C. DOUDARD et al. « A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life predictions ». In : *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 28.3 (2005), p. 279–288. ISSN : 1460-2695. DOI : 10.1111/j.1460-2695.2005.00854.x. URL : <http://dx.doi.org/10.1111/j.1460-2695.2005.00854.x>.
- [Dou+10] 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. ISSN : 0167-6636. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2009.09.005>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167663609001586>.
- [Dou00] Pascal DOUMALIN. « Local Microextensometry by digital image correlation. Application to micromechanical studies by scanning electron microscopy. » Thèse de doct. Ecole Polytechnique X, 2000. URL : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00001162>.
- [Dou04] C DOUDARD. « Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'échauffement ». Thèse de doct. École Normale Supérieure de Cachan, 2004.
- [Dra06] Delphine DRAY BENSAHKOUN. « Prediction of the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite ». Thèse de doct. Arts et Métiers ParisTech, 2006.
- [Dra07] Delphine DRAY, Pierre GILORMINI et Gilles RE. « Comparison of several closure approximations for evaluating the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite ». In : 67 (2007), p. 1601–1610. DOI : 10.1016/j.compscitech.2006.07.008.
- [Dro03] A.D. DROZDOV et Christiansen JDEC. « Modelling the viscoplastic response of polyethylene in uniaxial loading-unloading tests ». In : *Mechanics Research Communications* 30.5 (2003), p. 431–442. ISSN : 0093-6413. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0093-6413\(03\)00040-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0093-6413(03)00040-5). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0093641303000405>.
- [Dro05] A.D. DROZDOV, A. AL-MULLA et R.K. GUPTA. « Finite viscoplasticity of polycarbonate reinforced with short glass fibers ». In : *Mechanics of Materials* 37.4 (2005), p. 473–491. ISSN : 0167-6636. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2004.03.004>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167663604000481>.
- [Dro13] A.D. DROZDOV et N. DUSUNCELI. « Modeling of multi-cycle deformation of polymers with various deformation programs ». In : *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures* 9.1 (2013), p. 4–22. DOI : 10.1108/15736101311329133. URL : <https://doi.org/10.1108/15736101311329133>.

- [Dvo92] George J. DVORAK et Yakov BENVENISTE. « On Transformation Strains and Uniform Fields in Multiphase Elastic Media ». In : *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 437.1900 (1992), p. 291–310. ISSN : 0962-8444. DOI : 10.1098/rspa.1992.0062. URL : <http://rspa.royalsocietypublishing.org/content/437/1900/291>.
- [Ebe01] C EBERHARDT et A CLARKE. « Fibre-orientation measurements in short-glass-fibre composites ». In : *Composites Science and Technology* 61 (2001), p. 1389–1400.
- [EC01] Colin EBERHARDT et Ashley CLARKE. « Fibre-orientation measurements in short-glass-fibre composites. Part I: automated, high-angular-resolution measurement by confocal microscopy ». In : *Composites Science and Technology* 61 (2001), p. 1389–1400.
- [ED94] Serge ETIENNE et Laurent DAVID. *Introduction à la physique des polymères*. 2^e éd. Dunod, 1994. ISBN : 978-2-10-058167-2.
- [EE90] F ELLYIN et H EL-KADI. « A fatigue failure criterion for fiber reinforced composite laminæ ». In : *Composite Structures* 15.1 (1990), p. 61–74.
- [Ell85] Fernand ELLYIN. « Cyclic strain energy density as a criterion for multiaxial fatigue failure ». In : *ICBMFF2*. 1985.
- [Esh57] J. D. ESHELBY. « The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems ». In : *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 241.1226 (1957), p. 376–396. ISSN : 0080-4630. DOI : 10.1098/rspa.1957.0133. URL : <http://rspa.royalsocietypublishing.org/content/241/1226/376>.
- [Esh61] J. D. ESHELBY. « Elastic inclusions and inhomogeneities ». In : *Progress in Solid Mechanics* 2.1226 (1961).
- [Fer91] Mauro FERRARI. « Asymmetry and the high concentration limit of the Mori-Tanaka effective medium theory ». In : *Mechanics of Materials* 11.3 (1991), p. 251–256. ISSN : 0167-6636. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636\(91\)90006-L](http://dx.doi.org/10.1016/0167-6636(91)90006-L). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/016766369190006L>.
- [Fis88] Günther FISCHER et Peter EYERER. « Measuring spatial orientation of short fiber reinforced thermoplastics by image analysis ». In : *Polymer Composites* (1988). DOI : 10.1002/pc.750090409.
- [Flo13] Pierrick FLORIN et al. « Fast Fatigue Properties Identification by "Self-heating" Method: Application to Automotive Welded Joints ». In : *Procedia Engineering* 66 (2013), p. 676–683. ISSN : 1877-7058. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.120>.
- [FM03] Shao-Yun FU et Yiu-Wing MAI. « Thermal conductivity of misaligned short-fiber-reinforced polymer composites ». In : *Journal of Applied Polymer Science* 88.6 (2003), p. 1497–1505. ISSN : 1097-4628. DOI : 10.1002/app.11864. URL : <http://dx.doi.org/10.1002/app.11864>.
- [Fol83] F FOLGAR et C. L. TUCKER III. « A model of compression mold filling ». In : *Polymer Engineering & Science* 23.69-73 (1983).
- [Fol84] F FOLGAR et C. L. TUCKER III. « Orientation behaviour of fibers in concentrated suspensions ». In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 3.98-119 (1984).
- [Gau99] G. GAUSSORGUES. *La thermographie infrarouge. Principes, technologie*. 4^e éd. Technique et Documentation, 1999. ISBN : 2-7430-0290-5.

- [Gha16] A F AB GHANI et al. « Digital Image Correlation (DIC) Technique in Measuring Strain Using Opensource Platform Ncorr ». In : *Journal of Advanced Research in Applied Mechanics* 26.1 (2016), p. 10–21. ISSN : 2289-7895. URL : https://www.researchgate.net/publication/309463775_Digital_Image_Correlation_DIC_Technique_in_Measuring_Strain_Using_Opensource_Platform_Ncorr.
- [Gir11] Isabelle GIRAUD. « Élaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables : Influence sur le comportement mécanique des composites PEEK / Fibres de carbone ». Thèse de doct. Université de Toulouse, 2011.
- [Gla+17] 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. ISSN : 1432-0959. DOI : 10.1007/s00161-017-0572-z.
- [Gna94] Yves GNANOU et Michel FONTANILLE. « Structure moléculaire et morphologie des polymères ». In : *Technique de l'Ingénieur* A3042 (1994), p. 1–29.
- [Gol95] GOLDREIN, PALMER et HUNTLEY. « Automated fine grid technique for measurement of large-strain deformation maps ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 23.5 (1995). Interferogram Analysis, p. 305–318. ISSN : 0143-8166. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0143-8166\(95\)00036-N](http://dx.doi.org/10.1016/0143-8166(95)00036-N). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/014381669500036N>.
- [Gou05] J. GOUGH. « A description of a property of caoutchouc or indian rubber ». In : *Memories of the Literacy and Philosophical Society of Manchester* 1 (1805), p. 288–295.
- [GUD10] C GAIER, B UNGER et H DANNBAUER. « Multiaxial fatigue analysis of orthotropic materials ». In : *Revue de Métallurgie–International Journal of Metallurgy* 107.9 (2010), p. 369–375.
- [Gus+07] C GUSTER et al. « The influence of fiber-orientation and stress ratio on the fatigue behaviour of short-glasfiber-reinforced polymers ». In : *ANTEC-CONFERENCE PROCEEDINGS*. T. 1. 2007, p. 284.
- [Hal75] Bernard HALPHEN et Quoc SON NGUYEN. « Sur les matériaux standard généralisés ». In : *Journal de Mécanique* 14 (1975), p. 39–63. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00105514>.
- [Ham07] H BEN HADJ HAMOUDA, L LAIARINANDRASANA et R PIQUES. « Viscoplastic behaviour of a medium density polyethylene (MDPE): Constitutive equations based on double non-linear deformation model ». In : *International Journal of Plasticity* 23.8 (2007), p. 1307–1327. ISSN : 07496419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2006.11.007.
- [Han62] GL HAND. « A theory of anisotropic fluids ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 13 (1962), p. 33–46.
- [Har14] *Adaptation of open source 2D DIC software Ncorr for solid mechanics applications*. 9th International Symposium on Advanced Science et Technology in Experimental Mechanics. New Delhi, India, 2014. URL : <http://raiith.iith.ac.in/1566/>.
- [Hil48] R HILL. « A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals ». In : *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 193.1033 (1948), p. 281–297. ISSN : 0080-4630. DOI : 10.1098/rspa.1948.0045. URL : <http://rspa.royalsocietypublishing.org/content/193/1033/281>.

- [Hil65a] HILL. « Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13.2 (1965), p. 89–101. ISSN : 0022-5096. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096\(65\)90023-2](http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096(65)90023-2). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022509665900232>.
- [Hil65b] R HILL. « A self-consistent mechanics of composite materials ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13.4 (1965), p. 213–222. ISSN : 0022-5096. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096\(65\)90010-4](http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096(65)90010-4). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022509665900104>.
- [Hin93] PJ HINE et al. « Modelling of the elastic properties of fibre/reinforced composites. I: Orientation measurement ». In : *Composites Science and Technology* 47 (1993), p. 65–73.
- [HKN99] Kouichi HANDA, Atsushi KATO et Ikuo NARISAWA. « Fatigue characteristics of a glass-fiber-reinforced polyamide ». In : *Journal of Applied Polymer Science* 72.13 (1999), p. 1783–1793.
- [Hon+05] Vincent HONORAT et al. « Calorimetric analysis of polymer behaviour using a pixel calibration of an IRFPA camera ». In : *Quantitative InfraRed Thermography Journal* 2.2 (2005), p. 153–171.
- [Hon05] V. HONORAT et al. « Calorimetric analysis of polymer behaviour using a pixel calibration of an IRFPA camera ». In : *Quantitative InfraRed Thermography Journal* 2.2 (2005), p. 153–171. DOI : 10.3166/qirt.2.153-171.
- [HS97] JJ HORST et JL SPOORMAKER. « Fatigue fracture mechanisms and fractography of short-glassfibre-reinforced polyamide 6 ». In : *Journal of materials science* 32.14 (1997), p. 3641–3651.
- [Ili17] ILIONI et al. « A viscoelastic-viscoplastic model to describe creep and strain rate effects on the mechanical behaviour of adhesively-bonded assemblies ». In : *International Journal of Adhesion and Adhesives* (2017).
- [Inc11] Perkin-Elmer INC. *Amorphicity and Crystallization of PEEK*. 2011. URL : https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/APP_007771B_01_Amorphicity_and_Crystallization_of_PEEK.pdf.
- [Jac07] DA JACK et DE SMITH. « The effect of fibre orientation closure approximations on mechanical property predictions ». In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 38(3):975-982 (2007). ISSN : 1359-835X.
- [Jai92] LK JAIN et RC WETHERHOLD. « Effect of fiber orientation on the fracture toughness of brittle matrix composites ». In : *Acta Metallurgica Materiala* 40 (6) (1992), p. 1135–1143.
- [Jef22] JEFFERY. « The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid ». In : *Proceedings of the Royal Society A* 102 (1922), p. 161–179.
- [Jég12] Loïc JÉGOU. « Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes pour une application automobile ». Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2012.
- [Jeg13] L. 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. ISSN : 0142-1123. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.09.007>.
- [JM08] M JABBADO et MH MAITOURNAM. « A high-cycle fatigue life model for variable amplitude multiaxial loading ». In : *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 31.1 (2008), p. 67–75.
- [Jou59] JP JOULE. « On some thermodynamics properties of solids ». In : *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 149 (1859), p. 91–131.

- [Kai11] JM KAISER et M STOMMEL. « An Extended Mean-Field Homogenization Model to Predict the Strength of Short-Fibre Polymer Composites ». In : *TECHNISCHE MECHANIK* 32.2-5 (2011), p. 307–320. URL : http://www.uni-magdeburg.de/ifme/zeitschrift_tm/2012_Heft2_5/20_Kaiser_Stommel.pdf.
- [Kar90] J. KARGER-KOCSIS. « Effects of processing induced microstructure on the fatigue crack propagation of unfilled and short fibre-reinforced PA-6 ». In : *Composites* 21.3 (1990), p. 243–254. ISSN : 0010-4361. DOI : 10.1016/0010-4361(90)90239-S.
- [KE95] D KUJAWSKI et F ELLYIN. « A unified approach to mean stress effect on fatigue threshold conditions ». In : *International Journal of Fatigue* 17.2 (1995), p. 101–106.
- [Kic92] Joël KICHENIN. « Comportement thermomécanique du polyéthylène - Application aux structures gazières ». Thèse de doct. École Polytechnique, 1992.
- [Kli+11a] B KLIMKEIT et al. « Fatigue damage mechanisms in short fiber reinforced PBT+ PET GF30 ». In : *Materials Science and Engineering: A* 528.3 (2011), p. 1577–1588.
- [Kli+11b] B KLIMKEIT et al. « Multiaxial fatigue life assessment for reinforced polymers ». In : *International Journal of Fatigue* 33.6 (2011), p. 766–780.
- [Kli09] Bert KLIMKEIT. « Étude expérimentale et modélisation du comportement en fatigue multiaxiale d'un polymère renforcé pour application automobile ». Thèse de doct. Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aérotechnique, 2009.
- [Kra00] J.-C. KRAPEZ, D. PACOU et G. GARDETTE. « Lock-in thermography and fatigue limit of metals ». In : *Proceedings of QIRT*. 2000, p. 227–282. DOI : 10.1.1.594.6891.
- [Lag06] A. LAGARDE. *IUTAM Symposium on Advanced Optical Methods and Applications in Solid Mechanics: Proceedings of the IUTAM Symposium held in Futuroscope, Poitiers, France, August 31st–September 4th, 1998*. Solid Mechanics and Its Applications. Springer Netherlands, 2006. ISBN : 9780306469480. URL : <https://books.google.fr/books?id=m2bjBwAAQBAJ>.
- [LaR00] G LA ROSA et A RISITANO. « Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components ». In : *International Journal of Fatigue* 22.1 (2000), p. 65–73. ISSN : 0142-1123. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123\(99\)00088-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123(99)00088-2). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112399000882>.
- [Lau+13] a. LAUNAY et al. « Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide. Part II: Fatigue life estimation ». In : *International Journal of Fatigue* 47 (2013), p. 390–406. ISSN : 01421123. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2012.09.015. URL : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142112312002794>.
- [Lau11] Antoine LAUNAY. « Thermoplastiques renforcés en fibres de verre courtes : Comportement cyclique, fatigue et durée de vie ». Thèse de doct. École Polytechnique, 2011.
- [Lau13] A LAUNAY et al. « Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide – Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behavior for cyclic response ». In : *International Journal of Fatigue* 47 (2013), p. 382–389. ISSN : 01421123.
- [LCM07] F LAURIN, N CARRÈRE et J.-F MAIRE. « A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38.1 (2007), p. 198–209. ISSN : 1359-835X. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.01.018>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X0600025X>.

- [Le +13] V. LE SAUX et al. « HEAT BUILD-UP OF RUBBER UNDER CYCLIC LOADINGS: VALIDATION OF AN EFFICIENT DEMARCH TO PREDICT THE TEMPERATURE FIELDS ». In : *Rubber Chemistry and Technology* 86.1 (2013), p. 38–56. DOI : 10.5254/rct.13.88912. URL : <https://doi.org/10.5254/rct.13.88912>.
- [Le 10] Vincent LE SAUX. « Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure ». Thèse de doct. Université de Bretagne occidentale-Brest, 2010.
- [Lem09] Jean LEMAITRE et al. *Mécanique des matériaux solides*. 3^e éd. Dunod, 2009. ISBN : 978-2-10-051623-0.
- [LeS10a] V. LE SAUX et al. « An energetic criterion for the fatigue of rubbers: an approach based on a heat build-up protocol and -tomography measurements ». In : *Procedia Engineering* 2.1 (2010), p. 949–958. ISSN : 1877-7058. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2010.03.103>.
- [LeS10b] Vincent LESAUX. « Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique : de la caractérisation accélérée au calcul de structure ». Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2010.
- [LeS17] V. LE SAUX et C. 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 & Technology* 80 (2017), p. 83–92. ISSN : 1350-4495. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.infrared.2016.11.008>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350449516303681>.
- [Lév04] Martin LÉVESQUE. « Nonlinear viscoelastic composite materials mechanical behaviour prediction by a homogenisation approach ». Thèse de doct. École nationale supérieure d'arts et métiers ParisTech, 2004. URL : <https://tel.archives-ouvertes.fr/pastel-00001237/document>.
- [LG69] Richard Eugene LAVENGOOD et LB GULBRANSEN. « The effect of aspect ratio on the fatigue life of short boron fiber reinforced composites ». In : *Polymer Engineering & Science* 9.5 (1969), p. 365–369.
- [Li97] J LI et GJ WENG. « A secant-viscosity approach to the time-dependent creep of an elastic viscoplastic composite ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 45.7 (1997), p. 1069–1083. ISSN : 0022-5096. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096\(97\)00003-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096(97)00003-3).
- [Li98] J LI et GJ WENG. « A unified approach from elasticity to viscoelasticity to viscoplasticity of particle-reinforced solids ». In : *International Journal of Plasticity* 14.1 (1998), p. 193–208. ISSN : 0749-6419.
- [Lia+00] P.K LIAW et al. « Thermographic detection of fatigue damage of pressure vessel steels at 1,000 Hz and 20 Hz ». In : *Scripta Materialia* 42.4 (2000), p. 389–395. ISSN : 1359-6462. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00358-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00358-9). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646299003589>.
- [Lil98] G LILIENS et al. « Prediction of thermomechanical properties for compression moulded composites ». In : *Composites Part A* 1-2.29 (1998), p. 63–70. URL : https://www.fosel.plymouth.ac.uk/sme/fpcm/fpcm04/GL_and_4.pdf.

- [Liu15] Xiao-Yong LIU et al. « Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation by Shannon entropy ». In : *Optik - International Journal for Light and Electron Optics* 126.23 (2015), p. 4206–4211. ISSN : 0030-4026. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijleo.2015.08.034>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0030402615007950>.
- [LMH87] RW LANG, JA MANSON et RW HERTZBERG. « Mechanisms of fatigue fracture in short glass fibre-reinforced polymers ». In : *Journal of Materials Science* 22.11 (1987), p. 4015–4030.
- [Lop09] R.H. LOPEZ, M.A. LUERSEN et E.S. CURSI. « Optimization of laminated composites considering different failure criteria ». In : *Composites Part B: Engineering* 40.8 (2009), p. 731–740. ISSN : 1359-8368. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.05.007>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836809001164>.
- [Lop17] Delphine LOPEZ, S. THUILLIER et Y. GROHENS. « Modélisation du comportement d'un thermoplastique renforcé par des fibres de verres discontinues lors de cycles de charges, décharges et relaxations ». In : Journées Nationales sur les Composites, 2017.
- [Luo98] Minh Phong LUONG. « Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique ». In : *Mechanics of materials* 28.1 (1998), p. 155–163.
- [M M96] J. M. MOONEY et F. D. SHEPHERD. « Characterizing IR FPA nonuniformity and IR camera spatial noise ». In : *Infrared Physics & Technology* 37.5 (1996), p. 595–606. ISSN : 1350-4495. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/1350-4495\(95\)00133-6](http://dx.doi.org/10.1016/1350-4495(95)00133-6). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/1350449595001336>.
- [Mai02] MH MAITOURNAM, B POMMIER et JJ THOMAS. « Détermination de la réponse asymptotique d'une structure anélastique sous chargement thermomécanique cyclique ». In : *C. R. Mécanique* 330 (2002), p. 703–708.
- [Mai13] Habibou MAITOURNAM. *Mécanique des structures anélastiques*. 2013. URL : <https://hal-polytechnique.archives-ouvertes.fr/hal-00778288>.
- [Man90] JF MANDELL. « Fatigue behavior of short fiber composite materials ». In : *Fatigue of composite materials* 4 (1990), p. 231–237.
- [Man91] J.F. MANDELL. « Chapter 7 - Fatigue Behavior of Short Fiber Composite Materials ». In : *Fatigue of Composite Materials*. Sous la dir. de K.L. REIFSNIDER. T. 4. Composite Materials Series Supplement C. Elsevier, 1991, p. 231–337. DOI : <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-70507-5.50011-1>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780444705075500111>.
- [Maq07] François MAQUIN et Fabrice PIERRON. « Refined experimental methodology for assessing the heat dissipated in cyclically loaded materials at low stress levels ». In : *Comptes Rendus Mécanique* 335.3 (2007), p. 168–174. ISSN : 1631-0721. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.crme.2007.02.004>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1631072107000125>.
- [Mar+14a] Yann MARCO et al. « Dissipation analysis in SFRP structural samples: Thermomechanical analysis and comparison to numerical simulations ». In : *International Journal of Fatigue* 67 (2014), p. 142–150.
- [Mar+14b] Y. MARCO et al. « Dissipation analysis in SFRP structural samples: Thermomechanical analysis and comparison to numerical simulations ». In : *International Journal of Fatigue* 67 (2014). Multiaxial Fatigue 2013, p. 142–150. ISSN : 0142-1123. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.02.004>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112314000449>.

- [Mar03] Yann MARCO. « Caractérisation multi-axiale du comportement et de la micro-structure d'une semi-cristallin: application au cas du P.E.T. » Thèse de doct. LMT Cachan, 2003.
- [Mar17] Y. 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. ISSN : 0142-9418. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymeresting.2017.01.015>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941816313630>.
- [Mas13] I. MASQUELIER et al. « Thermal Measurements on Elastomeric Materials: From the Characterization of the Dissipation Gradients to the Prediction of the Fatigue Properties ». In : *Procedia Engineering* 66 (2013), p. 661–668. ISSN : 1877-7058. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.118>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705813019516>.
- [Mas14] Isaure MASQUELIER. « Influence de la formulation sur les propriétés en fatigue d'élastomères industriels ». Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2014.
- [Mas15] I. MASQUELIER et al. « Determination of dissipated energy fields from temperature mappings on a rubber-like structural sample: Experiments and comparison to numerical simulations ». In : *Mechanics of Materials* 80 (2015), p. 113–123. ISSN : 0167-6636. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.mechmat.2014.09.010>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167663614001793>.
- [Mas99] R MASSON et A ZAOUL. « Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 47.7 (1999), p. 1543–1568. ISSN : 0022-5096. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096\(98\)00106-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-5096(98)00106-9). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022509698001069>.
- [Men07] G MENEGETTI. « Analysis of the fatigue strength of a stainless steel based on the energy dissipation ». In : *International journal of fatigue* 29.1 (2007), p. 81–94.
- [MF15] Seyyedvahid MORTAZAVIAN et Ali FATEMI. « Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites: A literature review ». In : *International Journal of Fatigue* 70 (2015), p. 297–321.
- [Mic03] Jean-Claude MICHEL et Pierre SUQUET. « Nonuniform Transformation Field Analysis ». In : *International Journal of Solids and Structures* 40 (2003), p. 6937–6955. DOI : 10.1016/S0020-7683(03)00346-9. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00088331>.
- [Mil85] A. F. MILTON, F. R. BARONE et M. R. KRUEER. « Influence Of Nonuniformity On Infrared Focal Plane Array Performance ». In : *Optical Engineering* 24 (1985). DOI : 10.1117/12.7973588. URL : <http://dx.doi.org/10.1117/12.7973588>.
- [MJL13] Yann MARCO, Loïc JEGOU et Vincent LE SAUX. « Heat build-up measurements on SFRP: fast determination of fatigue properties and validation of a fatigue criterion on automotive parts ». In : *ICMFF10*. 2013.
- [MK21] HF MOORE et JB KOMMERS. « Fatigue of metals under repeated stress ». In : *Chem. Met. Eng.* 25 (1921), p. 1141–1144.
- [Mle99a] MLEKUSCH. « Thermoelastic properties of short-fibre-reinforced thermoplastics ». In : *Composites Science and Technology* 59.6 (1999), p. 911–923. ISSN : 0266-3538. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538\(98\)00133-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00133-X). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026635389800133X>.

- [Mle99b] B MLEKUSCH. « Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics I. Contrast enhancement for image analysis ». In : *Composites Science and Technology* 59 (1999), p. 543–545.
- [Mle99c] B MLEKUSCH, EA LEHNER et W GEYMAYER. « Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics II. Quantitative measurements by image analysis ». In : *Composites Science and Technology* 59 (1999), p. 547–560.
- [Mor65] JoDean MORROW. « Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals ». In : *Internal friction, damping, and cyclic plasticity*. ASTM International, 1965.
- [Mor73] T MORI et K TANAKA. « Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions ». In : *Acta Metallurgica* 21.5 (1973), p. 571–574. ISSN : 0001-6160. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(73\)90064-3](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(73)90064-3). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001616073900643>.
- [Mou09] Elodie MOURGLIA SEIGNOBOS. « Compréhension des mécanismes physiques de fatigue dans le polyamide vierge et renforcé de fibres de verre ». Thèse de doct. INSA de Lyon, 2009.
- [MQ11] Giovanni MENEGHETTI et Marino QUARESIMIN. « Fatigue strength assessment of a short fiber composite based on the specific heat dissipation ». In : *Composites Part B: Engineering* 42.2 (2011), p. 217–225.
- [Mud11] Mudau A. E. et al. « Non-uniformity correction and bad pixel replacement on LWIR and MWIR images ». In : *2011 Saudi International Electronics, Communications and Photonics Conference (SIECPC)*. Avr. 2011, p. 1–5. DOI : 10.1109/SIECPC.2011.5876937.
- [Mül16] Viktor MÜLLER et al. « Homogenization of elastic properties of short-fiber reinforced composites based on measured microstructure data ». In : *Journal of Composite Materials* 50.3 (2016), p. 297–312. DOI : 10.1177/0021998315574314. URL : <http://dx.doi.org/10.1177/0021998315574314>.
- [Mun12] R MUNIER. « Étude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d'une prédéformation plastique ». Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2012.
- [MZ04] PK MALLICK et Yuanxin ZHOU. « Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide-6, 6 ». In : *International journal of fatigue* 26.9 (2004), p. 941–946.
- [Nau95] Ca NAUDIN. « Nomenclature, classification et formules chimiques des polymères ». In : *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites* A3035 (1995). URL : <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN%5C&cpsidt=16432323>.
- [NEŽ14] Václav NEŽERKA. *DIC Post-Processing Tool*. 2014. URL : <http%20%2F%2Fmech.fsv.cvut.cz%2F%20nezerka/DIC/index.htm>.
- [NML09] H NOURI, F MERAGHNI et P LORY. « Fatigue damage model for injection-molded short glass fibre reinforced thermoplastics ». In : *International Journal of Fatigue* 31.5 (2009), p. 934–942.
- [NTK01] K NODA, A TAKAHARA et T KAJIYAMA. « Fatigue failure mechanisms of short glass-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement ». In : *Polymer* 42.13 (2001), p. 5803–5811.
- [OC091] PA O'CONNELL et RA DUCKETT. « Measurement of fiber orientation in short fiber reinforced thermoplastics ». In : *Composite Science and Technology* 4.42 (1991), p. 329–347.

- [Oll03] Sergio OLLER, Eduardo CAR et Jacob LUBLINER. « Definition of a general implicit orthotropic yield criterion ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 192.7 (2003), p. 895–912. ISSN : 0045-7825. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0045-7825\(02\)00605-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0045-7825(02)00605-9). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0045782502006059>.
- [Oua07] A OUAAR et al. « Micromechanics of the Deformation and Damage of Steel Fiber-reinforced Concrete ». In : *SAGE Publications* 2.16 (2007), p. 227–260. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00571158>.
- [Paj13] D. PAJANI et L. AUDAIRE. « Thermographie- Technologies et applications ». In : *Technique de l'Ingénieur* R2741 (2013).
- [Pan12] B. PAN, W. DAFANG et X. YONG. « Incremental calculation for large deformation measurement using reliability-guided digital image correlation ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 50 (2012), p. 586–592. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2011.05.005.
- [Par09] Thomas PARENTEAU. « Modélisation micromécanique de composites thermoplastiques élastomères à matrice polypropylène ». Thèse de doct. Université de Bretagne-Sud, 2009.
- [Peg01] T. PEGORETTI A. and Ricco. « Creep crack growth in a short glass fibres reinforced polypropylene composite ». In : *Journal of Materials Science* 36.19 (2001), p. 4637–4641. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1023/A:1017994014128. URL : <https://doi.org/10.1023/A:1017994014128>.
- [Pet82] WH PETERS et WF RANSON. « Digital imaging techniques in experimental stress analysis ». In : *Optical engineering* 21.3 (1982), p. 213427–213427.
- [Pie06a] Olivier PIERARD et Issam DOGHRI. « An enhanced affine formulation and the corresponding numerical algorithms for the mean-field homogenization of elasto-viscoplastic composites ». In : *International Journal of Plasticity* 22.1 (2006), p. 131–157. ISSN : 0749-6419. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.04.001>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641905000549>.
- [Pie06b] Olivier PIERARD et Issam DOGHRI. « An enhanced affine formulation and the corresponding numerical algorithms for the mean-field homogenization of elasto-viscoplastic composites ». In : *International Journal of Plasticity* 22.1 (2006), p. 131–157. ISSN : 0749-6419. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.04.001>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641905000549>.
- [Pie07] O PIERARD et al. « Micromechanics of particle-reinforced elasto-viscoplastic composites: Finite element simulations versus affine homogenization ». In : *International Journal of Plasticity* 23.6 (2007), p. 1041–1060. ISSN : 0749-6419. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2006.09.003>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641906001598>.
- [Ple12] *Infrared cameras in airborne remote sensing : IR-Imagery for photogrammetric processing at German Aerospace Center DLR*. 11th International Conference on Quantitative Infra-Red Thermography. Italy, 2012.
- [Pon07] Martin PONCELET. « Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'auto-échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles ». Thèse de doct. École Normale Supérieure de Cachan, 2007.
- [Pon11] M. PONCELET et al. « A study of IRFPA camera measurement errors: radiometric artefacts ». In : *Quantitative InfraRed Thermography Journal* 8.1 (2011), p. 3–20. URL : <http://hal.upmc.fr/hal-00686720/document>.

- [PR00] Alessandro PEGORETTI et Theonis RICCO. « Fatigue Fracture of Neat and Short Glass Fiber Reinforced Polypropylene: Effect of Frequency and Material Orientation ». In : *Journal of Composite Materials* 34.12 (2000), p. 1009–1027. DOI : 10.1177/002199830003401203. URL : <https://doi.org/10.1177/002199830003401203>.
- [Qua02] Marino QUARESIMIN. « Fatigue of woven composite laminates under tensile and compressive loading ». In : *Tenth European Conference on Composite Materials (ECCM 10)*. 2002.
- [RDG08] G. RÉGNIER, D. DRAY et P. GILORMINI. « Assessment of the Thermoelastic Properties of an Injection molded short-fiber Composite: Experimental and Modelling ». In : *International Journal of Material Forming* 1.1 (2008), p. 787–790. ISSN : 1960-6214. DOI : 10.1007/s12289-008-0293-8. URL : <https://doi.org/10.1007/s12289-008-0293-8>.
- [Red07] Abba REDJEB. « Simulation numérique de l'orientation de fibre en injection de thermoplastique renforcé ». Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.
- [Rémo5] Y. RÉMOND. « Constitutive modelling of viscoelastic unloading of short glass fibre-reinforced polyethylene ». In : *Composites Science and Technology* 65.3-4 (2005), p. 421–428. ISSN : 02663538. DOI : 10.1016/j.compscitech.2004.09.010.
- [Rit99] D. RITTEL. « On the conversion of plastic work to heat during high strain rate deformation of glassy polymers ». In : *Mechanics of Materials* 31.2 (1999), p. 131–139. ISSN : 0167-6636. DOI : [https://doi.org/10.1016/S0167-6636\(98\)00063-5](https://doi.org/10.1016/S0167-6636(98)00063-5).
- [Rol+16] H ROLLAND et al. « Fatigue mechanisms description in short glass fibre reinforced thermoplastic by microtomographic observations ». In : *Procedia Structural Integrity* 2 (2016), p. 301–308.
- [Rol17] Héloïse ROLLAND. « Comportement en fatigue et mécanismes d'endommagement du polyamide 6.6 renforcé de fibres courtes. Application à la fatigue sous chargement d'amplitude variable. » Thèse de doct. ENSAM Paris, 2017.
- [RSR16] Héloïse ROLLAND, Nicolas SAINTIER et Gilles ROBERT. « Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests ». In : *Composites Part B: Engineering* 90 (2016), p. 365–377.
- [Sai03] Gilles SAINT-MARTIN. « Étude typologique des défauts structuraux générés au cours de la mise en forme par injection de composites à matrice thermostable renforcés par fibres de verre courtes ». Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [SC95] M. SCHULZ et L. CALDWELL. « Nonuniformity correction and correctability of infrared focal plane arrays ». In : *Infrared Physics & Technology* 36.4 (1995), p. 763–777. ISSN : 1350-4495. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/1350-4495\(94\)00002-3](http://dx.doi.org/10.1016/1350-4495(94)00002-3). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350449594000023>.
- [Sch01] SCHJØDT-THOMSEN et PYRZ. « The Mori–Tanaka stiffness tensor: diagonal symmetry, complex fibre orientations and non-dilute volume fractions ». In : *Mechanics of Materials* 33.10 (2001), p. 531–544. ISSN : 0167-6636. DOI : [http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636\(01\)00072-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636(01)00072-2). URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167663601000722>.
- [Sel+16] Nathan SELLES et al. « Comparison of voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during tensile and creep tests ». In : *Polymer Testing* 49 (2016), p. 137–146.

- [Ser13] L SERRANO ABELLO et al. « Fast Prediction of the Fatigue Behavior of Short Fiber Reinforced Thermoplastics from Heat Build-up Measurements ». In : *Procedia Engineering* 66 (2013), p. 737–745. ISSN : 1877-7058. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.127>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705813019607>.
- [Ser15] Leonell SERRANO. « Caractérisation thermomécanique du comportement en fatigue des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes ». Thèse de doct. Université de Bretagne Occidentale, 2015.
- [Ske91] RP SKELTON. « Energy criterion for high temperature low cycle fatigue failure ». In : *Materials science and technology* 7.5 (1991), p. 427–440.
- [SM08] CM SONSINO et E MOOSBRUGGER. « Fatigue design of highly loaded short-glass-fibre reinforced polyamide parts in engine compartments ». In : *International Journal of Fatigue* 30.7 (2008), p. 1279–1288.
- [SSL16] Nathan SELLES, Nicolas SAINTIER et Lucien LAIARINANDRASANA. « Voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during creep tests assessed by damage based constitutive relationships and finite elements calculations ». In : *International Journal of Plasticity* 86 (2016), p. 112–127.
- [Str14] C.E. STROMEYER. « The determination of fatigue limits under alternative stress conditions ». In : *Rubber Chemistry and Technology* 59 (1914).
- [Sur98] S. SURESH. *Fatigue of Materials*. Cambridge solid state science series. Cambridge University Press, 1998. ISBN : 9780521578479. URL : <https://books.google.fr/books?id=j4w6frFAiQcC>.
- [Sut99] *Full-field non-contacting measurement of surface deformations on planar or curved surfaces using advanced vision systems*. Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube. Japan, 1999, p. 145–151.
- [Tan84] G. P. TANDON et G. J. WENG. « The effect of aspect ratio of inclusions on the elastic properties of unidirectionally aligned composites ». In : *Polymer Composites* 5.4 (1984), p. 327–333. ISSN : 1548-0569. DOI : 10.1002/pc.750050413. URL : <http://dx.doi.org/10.1002/pc.750050413>.
- [Tar12] Nicolas TARDIF et Stelios KYRIAKIDES. « Determination of anisotropy and material hardening for aluminum sheet metal ». In : *International Journal of Solids and Structures* 49.25 (2012), p. 3496–3506. ISSN : 0020-7683. DOI : <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2012.01.011>. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768312000273>.
- [Tho78] W. THOMSON. « On the thermoelastic, thermomagnetic and pyroelectric properties of matters ». In : *Philosophical Magazine* 5 (1878), p. 4–27.
- [Tro95] JP TROTIGNON. « Étude du comportement en fatigue de matériaux polymères ou composites à matrice organique ». Thèse de doct. ENSAM Paris, 1995.
- [Tsa71] Stephen W. TSAI et Edward M. WU. « A General Theory of Strength for Anisotropic Materials ». In : *Journal of Composite Materials* 5.1 (1971), p. 58–80.
- [Van+03] JAW van VAN DOMMELEN et al. « Micromechanical modeling of the elasto-viscoplastic behavior of semi-crystalline polymers ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51.3 (2003), p. 519–541.
- [Ver13] Jacques VERDU. *Oxidative Ageing of Polymers*. Wiley Online Library, 2013.

- [Vil98] Josiane VILLOUTREIX et Jean-dominique ACETARIN. « Polyétheréthercétone ». In : *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites* AM3394 (1998).
- [VM10] M VOLLMER et K-P MÖLLMANN. *Infrared Thermal Imaging*. Wiley-VCH, 2010. ISBN : 978-3-527-40717-0.
- [Wan10] Jin WANG et Jin XIAOSHI. « Comparison of recent fiber orientation models in Autodesk MoldFlow insight simulations with measured fiber orientation data ». In : *Proceedings of the Polymer Processing Society 26th Annual Meeting* (2010).
- [ZS01a] Alessandro ZAGO et George S SPRINGER. « Constant amplitude fatigue of short glass and carbon fiber reinforced thermoplastics ». In : *Journal of reinforced plastics and composites* 20.7 (2001), p. 564–595.
- [ZS01b] Alessandro ZAGO et George S SPRINGER. « Fatigue lives of short fiber reinforced thermoplastics parts ». In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 20.7 (2001), p. 606–620.
- [ZSQ01] Alessandro ZAGO, George S SPRINGER et Marino QUARESIMIN. « Cumulative damage of short glass fiber reinforced thermoplastics ». In : *Journal of reinforced plastics and composites* 20.7 (2001), p. 596–605.



Simplification de l'équation d'état de X

Dans le chapitre 4, nous avons montré que l'équation d'état 4.31 page 128 de la force thermodynamique $\underline{\underline{X}}$ associée à la variable d'état $\underline{\underline{\alpha}}$ pouvait se simplifier en passant de la forme :

$$\underline{\underline{X}} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} = -\frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}} - \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \left[\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] \quad (\text{A.1})$$

à l'expression suivante :

$$\underline{\underline{X}} \simeq -\frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}} \quad (\text{A.2})$$

en négligeant le terme :

$$\frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \left[\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] \quad (\text{A.3})$$

En passant en notation indiciel, nous avons l'expression :

$$\frac{\partial}{\partial \alpha_{mn}} \left[\frac{1}{2} \epsilon_{vij} : C_{vijkl}(\underline{\underline{\alpha}}) : \epsilon_{vkl} \right] \quad (\text{A.4})$$

avec,

$$C_{vijkl}(\underline{\underline{\alpha}}) = \lambda(\underline{\underline{\alpha}}) \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu(\underline{\underline{\alpha}}) (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (\text{A.5})$$

où,

$$\lambda(\underline{\underline{\alpha}}) = \frac{\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \quad (\text{A.6})$$

$$\mu(\underline{\underline{\alpha}}) = \frac{1}{2(1+\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \quad (\text{A.7})$$

avec δ le symbole de Kronecker, ν le coefficient de poisson, J_2 la norme de Von Misès tel que $J_2(\underline{\underline{t}}) = \sqrt{\underline{\underline{t}} : \frac{3}{2} \mathbf{P} : \underline{\underline{t}}}$ avec $\underline{\underline{t}}$ un tenseur d'ordre deux quelconque, a_o , $\forall o \in \llbracket 1, 4 \rrbracket$ des paramètres matériaux homogènes à une raideur.

Ce qui nous conduit à :

$$\begin{aligned} \epsilon_{vij} C_{vijkl}(\underline{\underline{\alpha}}) \epsilon_{vkl} = & \frac{\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \epsilon_{vij} \delta_{ij} \delta_{kl} \epsilon_{vkl} \\ & + \frac{1}{2(1+\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \epsilon_{vij} \delta_{ik} \delta_{jl} \epsilon_{vkl} \\ & + \frac{1}{2(1+\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \epsilon_{vij} \delta_{il} \delta_{jk} \epsilon_{vkl} \end{aligned} \quad (\text{A.8})$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \epsilon_{vij} C_{vijkl}(\underline{\underline{\alpha}}) \epsilon_{vkl} = & \frac{\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \epsilon_{vii} \epsilon_{vkk} \\ & + \frac{1}{2(1+\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \left[\epsilon_{vij} \epsilon_{vji} + \epsilon_{vij} \epsilon_{vji} \right] \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

Et comme $\underline{\underline{\epsilon}}_v$ est symétrique,

$$\begin{aligned} \Rightarrow \frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v = & \frac{\nu}{2(1+\nu)(1-2\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \mathbf{Tr}(\underline{\underline{\epsilon}}_v)^2 \\ & + \frac{1}{2(1+\nu)} \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \underline{\underline{\epsilon}}_v : \underline{\underline{\epsilon}}_v \end{aligned} \quad (\text{A.10})$$

où encore,

$$\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v = A \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \quad (\text{A.11})$$

avec :

$$A = \frac{\nu}{2(1+\nu)(1-2\nu)} \mathbf{Tr}(\underline{\underline{\epsilon}}_v)^2 + \frac{1}{2(1+\nu)} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \underline{\underline{\epsilon}}_v \quad (\text{A.12})$$

L'expression A.3 devient alors :

$$\frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \left[\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] = \frac{\partial}{\partial J_2} \left[A \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^o \right] \frac{\partial J_2}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \quad (\text{A.13})$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\alpha}}} \left[\frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \mathbf{C}_v(\underline{\underline{\alpha}}) : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] = & \frac{3}{2} \left[\frac{\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \mathbf{Tr}(\underline{\underline{\epsilon}}_v)^2 + \frac{1}{(1+\nu)} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] \\ & \times \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^{o-2} \underline{\underline{\alpha}} \end{aligned} \quad (\text{A.14})$$

Et en prenant en compte l'ordre de grandeur typique des paramètres constitutifs, nous pouvons alors déduire que :

$$\frac{3}{2} \left[\frac{\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \mathbf{Tr}(\underline{\underline{\epsilon}}_v)^2 + \frac{1}{(1+\nu)} \underline{\underline{\epsilon}}_v : \underline{\underline{\epsilon}}_v \right] \sum_{o=0}^p a_o \left[J_2(\underline{\underline{\alpha}}) \right]^{o-2} \ll \frac{2}{3} C \quad (\text{A.15})$$

d'où :

$$\underline{\underline{X}} \simeq -\frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}} \quad (\text{A.16})$$

Caractérisation et modélisation du comportement mécanique et de la tenue en fatigue d'un composite thermoplastique à fibres de carbone courtes pour applications aéronautiques

Cette étude présente la caractérisation du comportement mécanique et la tenue en fatigue d'un composite thermoplastique à matrice PEEK renforcée en fibres de carbone courtes pour des applications aéronautiques. La première partie présente la description des matériaux étudiés ainsi que la mise en place d'un protocole de caractérisation de la microstructure. Il est alors mis en avant la nécessité de générer des éprouvettes de caractérisation simples en introduisant le concept d'éprouvettes amincies. Dans un second temps, la méthode d'auto-échauffement en régime transitoire est appliquée en concluant sur l'influence de différents paramètres sur le bilan énergétique tels que la microstructure ou le grade du matériau étudié. La troisième partie présente l'établissement d'une loi de comportement phénoménologique avec une prise en compte locale de l'anisotropie par des approches micromécaniques classiques. Les simulations mécaniques et énergétiques donnent des résultats corrélant très bien avec l'expérimentale pour une distribution d'orientation proche de 0° et des résultats moins convaincants pour une distribution d'orientation proche de 90° . La dernière partie présente l'utilisation d'un protocole de caractérisation rapide basé sur les essais d'auto-échauffement. Cette approche, validée pour les différents matériaux étudiés, permet de prédire la courbe d'endurance en fatigue déterministe avec une seule éprouvette et en une demi-journée d'essais. Il est également mis en évidence qu'un critère énergétique à deux paramètres est indépendant de la distribution d'orientation, et qu'il est possible de discriminer rapidement en fatigue les différents matériaux étudiés.

Mots clés : *thermoplastique renforcé en fibres courtes, microstructure, éprouvette amincie, fatigue, loi de comportement cyclique, protocole d'auto-échauffement, critère énergétique*

Characterization of the mechanical behavior and the fatigue lifetime of a short carbon fibers reinforced composite for aeronautical applications

This study deals with characterization of the mechanical behavior and the fatigue lifetime of a short carbon fibers reinforced PEEK matrix thermoplastic composite. The first part presents the description of the materials studied and the implementation of the characterization of the microstructure. It's then emphasized the need to generate simple characterization samples by introducing the concept of thin specimens. In a second step, the heat build-up protocol is applied on the studied materials. It is then highlighted the influence on the energetic assessment of various parameters as the microstructure or the choice of material. The third part presents the establishment of a phenomenological law of behavior with a local consideration of anisotropy using conventional micromechanical approaches. The mechanical and energetic simulations give results correlating very well with the experimental ones for a distribution of orientation close to 0° . The last part presents the use of the heat build-up technique to predict the fatigue lifetime. This approach uses an energetic criterion with two parameters and is able to predict the deterministic fatigue curve with one sample, in half a day. It is then shown the capability to catch the influence of the variations of matrix grade and fibers content on the fatigue properties and validates the use of the technique for fast materials screening.

Key words : *short fiber thermoplastic composite, microstructure, thin specimen, heat build-up, infrared thermography, behavior law, fatigue, energetic criterion*