



HAL
open science

Behaviour analysis of carbon-epoxy laminates under high-speed loading: manufacture of the same materials by means of microwave curing for comparison

Gregor Hug

► **To cite this version:**

Gregor Hug. Behaviour analysis of carbon-epoxy laminates under high-speed loading: manufacture of the same materials by means of microwave curing for comparison. Engineering Sciences [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2005. English. NNT : 2005ENAM0010 . pastel-00001562

HAL Id: pastel-00001562

<https://pastel.hal.science/pastel-00001562>

Submitted on 23 Jan 2006

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.

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers
Centre de Paris

THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR
de
L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE
D'ARTS ET MÉTIERS

Spécialité : Mécanique et Matériaux

par

Gregor HUG

**ANALYSE DU COMPORTEMENT DE STRATIFIÉS CARBONE/EPOXY SOUS
SOLLICITATION RAPIDE. ELABORATION PAR ELECTROTHERMIE
DIELECTRIQUE D'UN MEME MATERIAU POUR COMPARAISON.**

soutenue le 6 juillet 2005 devant le jury composé de

Mme	M. C.	LAFARIE-FRENOT	Professeur à l'ENSMA, Poitiers	Rapporteur
M.	L.	ESTEL	Professeur à l'INSA, Rouen	Rapporteur
M.	O.	ALLIX	Professeur à l'ENS, Cachan	Examinateur
M.	D.	BAPTISTE	Professeur à l'ENSAM, Paris	Examinateur
M.	M.	DELMOTTE	Directeur de Recherche à l'ENSAM, Paris	Examinateur
M.	J.	FITOUSSI	Maître de Conférences à l'ENSAM, Paris	Examinateur
M.	P.	THEVENET	Ingénieur de Recherche au CCR d'EADS	Invité

ANALYSE DU COMPORTEMENT DE STRATIFIES CARBONE/EPOXY SOUS SOLLICITATION RAPIDE. ELABORATION PAR ELECTROTHERMIE DIELECTRIQUE D'UN MEME MATERIAU POUR COMPARAISON.

RESUME: Le présent travail s'inscrit dans le contexte de la mise au point de composites stratifiés utilisés dans des structures de sécurité de crash en avion et en hélicoptère. En cas d'accident grave, ces structures ont pour mission d'absorber au maximum l'énergie de l'impact pour protéger les passagers. Elles sont constituées d'un stratifié multicouche composé d'un empilement de plusieurs sous-stratifiés dont les stratifiés carbone/époxy de cette étude. La capacité du matériau à absorber de l'énergie mécanique est essentiellement liée au caractère endommageable de sa microstructure. Afin de pouvoir optimiser le stratifié multicouche, on s'intéresse aux propriétés mécaniques et à l'endommagement des sous-stratifiés. Le comportement des stratifiés carbone/époxy dépend de plusieurs facteurs parmi lesquels figurent le procédé d'élaboration, le mode de chargement mécanique et la vitesse de sollicitation.

Dans ce contexte, le projet de recherche réalisé suit une approche pluridisciplinaire ayant pour objectif d'établir un lien entre le procédé d'élaboration, la microstructure du matériau créé et les propriétés mécaniques en résultant. Cette approche se décline en trois thèmes abordés dans le présent travail. Un premier thème porte sur le procédé d'élaboration : le procédé conventionnel en autoclave est comparé à un procédé alternatif basé sur le chauffage par microondes. Les deux autres thèmes concernent la réponse du matériau à une sollicitation mécanique à vitesse élevée. L'influence de la vitesse sur le comportement mécanique du stratifié est analysée pour deux modes de chargement : la traction appliquée sous 45° par rapport au renfort (traction « hors axe ») et la sollicitation en mode I entraînant le délaminage des plis. Les travaux effectués comprennent le développement de moyens expérimentaux ainsi que l'analyse des matériaux par des observations macroscopiques et microscopiques. Un intérêt particulier est porté aux phénomènes d'endommagement responsables de la capacité du matériau à absorber l'énergie d'un crash.

Mots-clés: *stratifiés, carbone/époxy, élaboration, microondes, comportement mécanique, effets de vitesse, microstructure, endommagement, traction hors axe, délaminage en mode I.*

BEHAVIOUR ANALYSIS OF CARBON-EPOXY LAMINATES UNDER HIGH-SPEED LOADING. MANUFACTURE OF THE SAME MATERIAL BY MEANS OF MICROWAVE CURING FOR COMPARISON.

ABSTRACT: The context of the present study is the optimisation of laminated composites used in safety structures for aircraft. The function of these structures is to protect the passengers in case of a crash by absorbing a maximum of the impact energy. The structures consist of a multi-layer laminate composed of several sub-laminates. Among the latter are the carbon-epoxy laminates analysed in this study. The ability of the material to absorb mechanical energy is essentially due to the damageability of its microstructure. In order to optimise the multi-layer laminate in terms of energy absorption, reliable data on the mechanical properties of the sub-laminates are needed at both the initial and the damaged state. The behaviour of the material depends on several factors as the manufacturing process, the direction of the applied mechanical load and the loading rate.

Within this context, this research project follows an interdisciplinary approach aiming at building a link between the manufacturing process, the microstructure of the produced laminate and its mechanical properties. This approach splits into the three principal subjects of the present study. The first one deals with the manufacturing process: the conventional thermal curing by means of an autoclave is compared to an alternative process based on microwave heating. The other two subjects treat the behaviour of the material under high-speed loading. The influence of the loading rate on the material's mechanical behaviour is analysed for two different loading conditions: off-axis tensile loading (load applied under 45° with respect to the reinforcing fibres) and mode I loading, leading to ply delamination. The implemented work includes the development of the necessary experimental means as well as the analysis of the studied composites through observations at the macroscopic and the microscopic scale. Particular attention has been paid to the damage mechanisms since they account for the ability of the material to absorb the energy of a crash.

Keywords: *laminates, carbon-epoxy, manufacturing process, microwave curing, mechanical behaviour, loading rate effects, microstructure, damage, off-axis tensile load, mode I delamination.*



Remerciements

En premier lieu, je souhaite remercier mes directeurs de thèse Messieurs Michel DELMOTTE et Didier BAPTISTE pour leur soutien et leur disponibilité tout au long de la réalisation de ce travail. Nos échanges aussi bien sur le plan scientifique que sur le plan humain ont permis à ma thèse d'aboutir.

Je suis particulièrement reconnaissant à Monsieur Michel DELMOTTE de m'avoir initié au domaine des ondes électromagnétiques et pour sa participation active à la mise en place du procédé d'élaboration.

Je remercie vivement Monsieur Didier BAPTISTE pour sa vision globale et synthétique des travaux de recherche par laquelle il m'a amené à garder en vue les objectifs de l'étude.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Pascal THEVENET pour sa participation essentielle à la mise en place du dispositif expérimental pour les essais de mode I à vitesse élevée, et d'avoir mis à notre disposition les préimprégnés pour l'élaboration du composite par microondes.

Je remercie également Monsieur Joseph FITOUSSI qui a suivi de près les travaux expérimentaux et qui m'a fait part de sa grande expérience dans le domaine de la sollicitation rapide.

Ma reconnaissance sincère s'adresse à Madame Marie Christine LAFARIE-FRENOT et à Monsieur Lionel ESTEL qui ont accepté le rôle de rapporteur de thèse. J'ai particulièrement apprécié qu'ils n'aient pas reculé devant un sujet abordant des disciplines différentes de leurs domaines de recherche respectifs. En plus, ils ont su apporter des éclairages nouveaux et intéressants aux travaux effectués à travers leurs questions et leurs commentaires.

Je tiens à dire un grand merci à Monsieur Olivier ALLIX, président du jury, qui a animé la soutenance de thèse en faisant preuve d'un esprit critique averti et d'un souci permanent d'objectivité.

Je remercie la société Microondes-Energie-Systèmes (MES) et le Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS de leurs soutiens financiers sans lesquels la thèse n'aurait pas pu être initiée.

Etant donnée l'approche pluridisciplinaire à la base du sujet de thèse, les travaux essentiellement expérimentaux ont nécessité l'intervention et la participation d'un grand nombre de personnes. Je pense particulièrement à Messieurs Didier BRAMBAN et Jean-Pierre WATTRE du CCR ainsi qu'à Messieurs Philippe PLANARD et Jean-Michel ISAC de l'Atelier de Prototypes de l'ENSAM de Paris. Je ne saurais oublier d'adresser mes remerciements chaleureux à Messieurs Jean-Pierre DAMION et Alessandro OLIVEIRA du Laboratoire de Métrologie Dynamique pour leurs conseils et leur aide à la mise en place et à l'évaluation des systèmes de mesure.

Je remercie vivement les membres du Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux (LIM) de l'ENSAM de Paris, les enseignants chercheurs ainsi que les techniciens, pour le soutien fort et encourageant qu'ils m'ont apporté pendant la réalisation des travaux expérimentaux. Un merci particulier à Madame Véronique BELLENGER et à Monsieur Bruno FAYOLLE pour leur aide et leur générosité.

J'ai eu la chance d'encadrer des étudiants doués et motivés qui ont effectué des projets d'étude (PFE ou DEA) dans le cadre du présent travail. Je pense particulièrement à Célia NICODEAU, Olivier FORATIER, Yves LIEFFROY, Vincent DUFFAU et Rodolphe DARTOIS. L'encadrement de leurs travaux m'a été une expérience formatrice et enrichissante.

Je voudrais adresser un merci chaleureux aux collègues jeunes-chercheurs que j'ai eu le privilège de rencontrer aux laboratoires LM3 et LTVP. Je pense tout particulièrement à Stéphanie PARDO, Ericka JAO-JULES, Zouhaier JENDLI, Martin LEVESQUE, Fahmi BEDOUI, Sébastien COUDERT, Lyes DOUADJI, Anne-Lise DURIER, Marie-Pierre MOUTRILLE et Javier ESQUILLOR. Ils ont su créer l'ambiance amicale et conviviale dans laquelle j'ai pu me développer scientifiquement ainsi que personnellement.

Enfin, je tiens à adresser un grand merci à mes parents, mon frère et mes deux sœurs ainsi qu'à mon ami Hermann. J'ai toujours pu compter sur leur soutien moral et, plus d'une fois, sur leur patience. En tout particulier, je souhaite exprimer ma gratitude à ma dulcinée Stefanie qui m'a accompagné tout au long des années de thèse et qui m'a toujours encouragé par son optimisme et son sens de l'humour.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	3
1 MODES D'ELABORATION ET CARACTERISATION MULTIPHYSIQUE D'UN STRATIFIE CARBONE/EPOXY	9
1.1 INTRODUCTION	9
1.2 LE MATERIAU DE L'ETUDE	12
1.2.1 <i>Les propriétés physiques des composants du stratifié carbone/époxy.....</i>	<i>12</i>
1.2.2 <i>Constitution des plis préimprégnés et de l'empilement réalisé.....</i>	<i>13</i>
1.2.3 <i>Etude des propriétés diélectriques du stratifié tissé carbone/époxy.....</i>	<i>15</i>
1.2.4 <i>Description du procédé d'élaboration « classique » du stratifié</i>	<i>18</i>
1.3 COMPARAISON DES MODES DE CHAUFFAGE	20
1.3.1 <i>Mode de chauffage par sources externes.....</i>	<i>20</i>
1.3.2 <i>Mode de chauffage par sources internes.....</i>	<i>22</i>
1.4 LE DISPOSITIF EXPERIMENTAL UTILISE POUR ELABORER LE STRATIFIE.....	28
1.4.1 <i>Le choix du dispositif</i>	<i>28</i>
1.4.2 <i>Description du dispositif expérimental.....</i>	<i>29</i>
1.5 DISTRIBUTION DU CHAMP ELECTRIQUE – APPROCHE THEORIQUE.....	33
1.5.1 <i>Rappel sur les équations de Maxwell.....</i>	<i>33</i>
1.5.2 <i>Solutions des équations de Maxwell pour un système de coordonnées cylindriques.....</i>	<i>35</i>
1.6 DISTRIBUTION DU CHAMP ELECTRIQUE – APPROCHE EXPERIMENTALE	46
1.6.1 <i>Description de la méthode utilisée : la thermographie.....</i>	<i>46</i>
1.6.2 <i>Distribution du champ électrique – étude de paramètres</i>	<i>48</i>
1.7 MISE AU POINT DU PROCEDE D'ELABORATION	55
1.7.1 <i>Essais préliminaires.....</i>	<i>56</i>
1.7.2 <i>Mise au point de la constitution du moule</i>	<i>58</i>
1.7.3 <i>Définition et reproductibilité du protocole expérimental.....</i>	<i>64</i>
1.7.4 <i>La démarche expérimentale du procédé d'élaboration</i>	<i>68</i>
1.8 ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE ET DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX ELABORES.....	71
1.8.1 <i>Préparation des éprouvettes pour l'essai de traction « in-situ »</i>	<i>72</i>
1.8.2 <i>La démarche expérimentale appliquée.....</i>	<i>74</i>
1.8.3 <i>Résultats expérimentaux et discussion.....</i>	<i>76</i>
1.8.4 <i>Remarques complémentaires.....</i>	<i>80</i>
1.9 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DE L'ETUDE SUR LE PROCEDE D'ELABORATION ...	82

2	ANALYSE DU COMPORTEMENT D'UN STRATIFIE TISSE CARBONE/EPOXY SOUMIS A UN CHARGEMENT DE TRACTION A VITESSE ELEVEE	85
2.1	INTRODUCTION	85
2.2	LES PROPRIETES MECANQUES DU MATERIAU DE L'ETUDE.....	86
2.3	LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES UTILISEES.....	90
2.3.1	<i>Le dispositif expérimental des essais de traction à vitesse élevée</i>	90
2.3.2	<i>L'optimisation des essais par simulation numérique</i>	93
2.3.3	<i>Les essais de traction interrompus</i>	96
2.3.4	<i>Les dispositifs expérimentaux des essais de traction quasi-statiques</i>	98
2.4	RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	99
2.4.1	<i>Etude du comportement mécanique du stratifié G803/914</i>	99
2.4.2	<i>Analyse de l'endommagement à l'échelle macroscopique</i>	101
2.4.3	<i>Analyse de l'endommagement à l'échelle microscopique</i>	106
2.5	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DE L'ETUDE DE TRACTION A VITESSE ELEVEE....	115
3	CONCEPTION D'UNE TECHNIQUE EXPERIMENTALE POUR LA CARACTERISATION DE COMPOSITES STRATIFIES EN DELAMINAGE SELON LE MODE I A VITESSE DE SOLLICITATION ELEVEE	119
3.1	INTRODUCTION	119
3.2	LE MATERIAU DE L'ETUDE	121
3.3	APPROCHE ENERGETIQUE EN MECANIQUE DE LA RUPTURE	123
3.4	METHODOLOGIE EXPERIMENTALE DES ESSAIS DE DELAMINAGE EN MODE I SUR DES COMPOSITES STRATIFIES	130
3.4.1	<i>La méthode de la complaisance</i>	131
3.4.2	<i>Prise en compte de l'énergie cinétique dans le traitement des données</i> . 132	
3.4.3	<i>Le calibrage de complaisance modifié</i>	135
3.4.4	<i>Choix d'une vitesse représentative de la sollicitation du matériau</i>	138
3.5	DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE DELAMINAGE EN MODE I A VITESSE ELEVEE.....	140
3.5.1	<i>Conception d'un montage pour des essais DCB à vitesse élevée</i>	140
3.5.2	<i>Les systèmes de mesure et d'acquisition des données</i>	142
3.6	RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION	146
3.6.1	<i>Etude statique : Détermination de G_{Ic} par essai DCB</i>	146
3.6.2	<i>Etude à vitesse élevée : Influence de la vitesse de chargement sur G_{Ic}</i> ..	150
3.6.3	<i>Etude microscopique du faciès de délaminage</i>	157
3.6.4	<i>Etude d'un matériau particulier disposant d'un défaut de réticulation</i>	158
3.7	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DE L'ETUDE DE DELAMINAGE EN MODE I	162
	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	165
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	169

Introduction générale

Le présent travail s'inscrit dans le contexte de la mise au point de composites stratifiés utilisés dans le domaine aéronautique. Ces stratifiés sont utilisés pour faire des éléments de structure situés au fond du fuselage des avions. En temps de fonctionnement normal, ils ont pour fonction de renforcer et rigidifier la structure. En cas d'accident grave, ils ont une deuxième mission qui est d'absorber au maximum l'énergie du choc mécanique pour protéger les passagers. Le cahier des charges du matériau utilisé comprend donc non seulement un faible poids et une rigidité élevée, mais aussi et surtout une grande capacité à absorber de l'énergie mécanique. Les stratifiés, des polymères renforcés par des fibres longues, sont connus pour avoir un rapport très avantageux entre propriétés mécaniques et masse volumique. De plus, malgré leur faible capacité de déformation plastique, ils disposent d'une capacité considérable à absorber de l'énergie moyennant la dégradation progressive de leur microstructure. Pour ces matériaux, les phénomènes d'endommagement ont donc un rôle fonctionnel et sont pris en compte dans le dimensionnement des structures.

Le composite constituant ces éléments de structure est un stratifié hybride (« multicouche ») composé d'un empilement de plusieurs sous-stratifiés. Chaque couche consiste en un certain nombre de plis identiques. Alors que tous les plis du stratifié sont imprégnés de la même matrice (une résine époxyde), les couches se distinguent par le type et l'orientation du renfort. Dans l'empilement considéré, il y a notamment des plis unidirectionnels carbone/époxy, ainsi que des plis tissés carbone/époxy et kevlar/époxy. (**Figure 0.1**) Les propriétés mécaniques du stratifié hybride sont essentiellement dues à l'empilement de plis et de couches réalisés. Une grande variété de stratifiés différents peut donc être fabriquée à partir des mêmes préimprégnés.

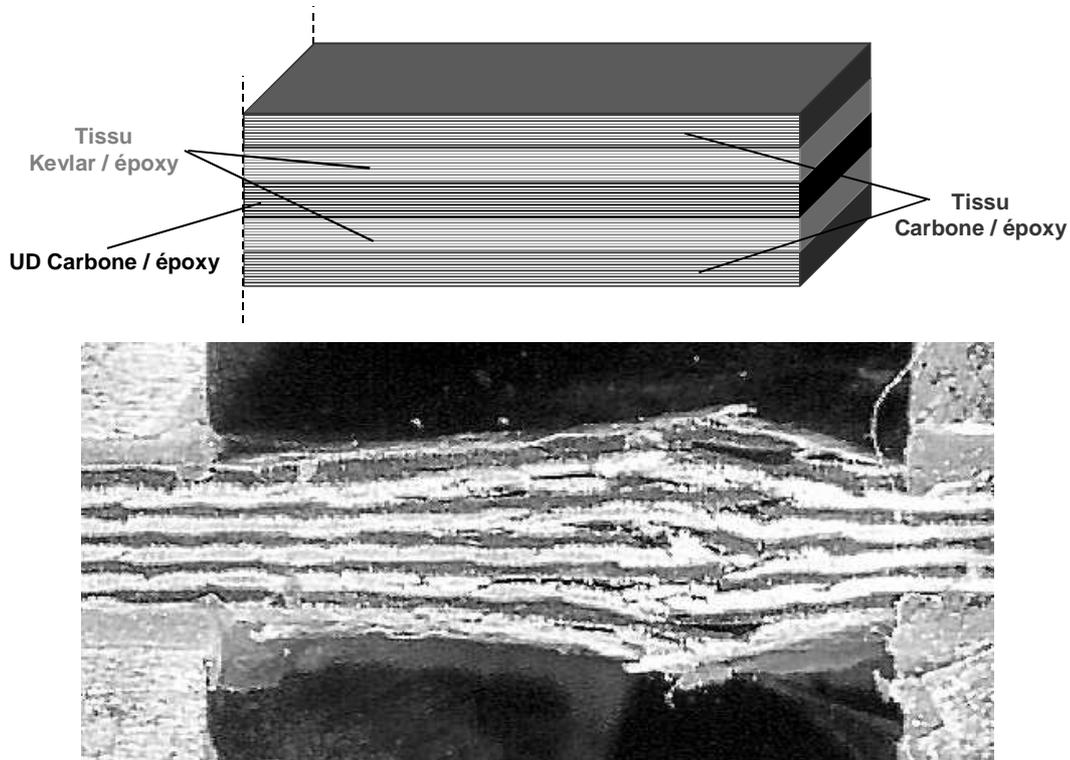


Figure 0.1 : Stratifié hybride à base d'époxy utilisé pour des structures de sécurité de crash. Endommagement du matériau sous un chargement en compression [The01].

Plusieurs projets de recherche en cours au Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS ont pour objectif d'augmenter l'efficacité de ces structures et d'améliorer ainsi la sécurité des passagers en avion et en hélicoptère. Concernant le matériau, on cherche notamment à optimiser la séquence d'empilement des plis afin de trouver la configuration la plus performante en termes de capacité d'absorption d'énergie. Une approche consiste à élaborer un stratifié prototype et à l'évaluer par des essais mécaniques pour différents modes de sollicitation. Comme cette démarche empirique est basée sur le principe essai-erreur, elle nécessite un investissement considérable en temps et en moyens pour aboutir à un résultat satisfaisant. La simulation numérique moyennant des codes de calcul EF (comme Radioss ou SAMCEF) représente un outil d'optimisation plus efficace : elle permet de faire varier de façon systématique les paramètres de l'empilement afin d'obtenir la constitution la plus adaptée au cahier des charges. Toutefois, pour donner des bonnes prévisions, le calcul nécessite des données fiables sur le comportement mécanique des sous-stratifiés. Or, dépendant de plusieurs facteurs, les lois de comportement des stratifiés ne sont pas faciles à obtenir. D'abord, les paramètres du procédé utilisé pour fabriquer le matériau ont une influence sur sa microstructure et donc sur ses propriétés physiques. Puis, les propriétés mécaniques du matériau élaboré dépendent non seulement de la direction de la charge appliquée mais également de la vitesse de sollicitation. Etant donné que la simulation du chargement comprend la phase d'endommagement jusqu'à la rupture du composite, l'évolution des propriétés mécaniques au cours du chargement doit également être prise en compte.

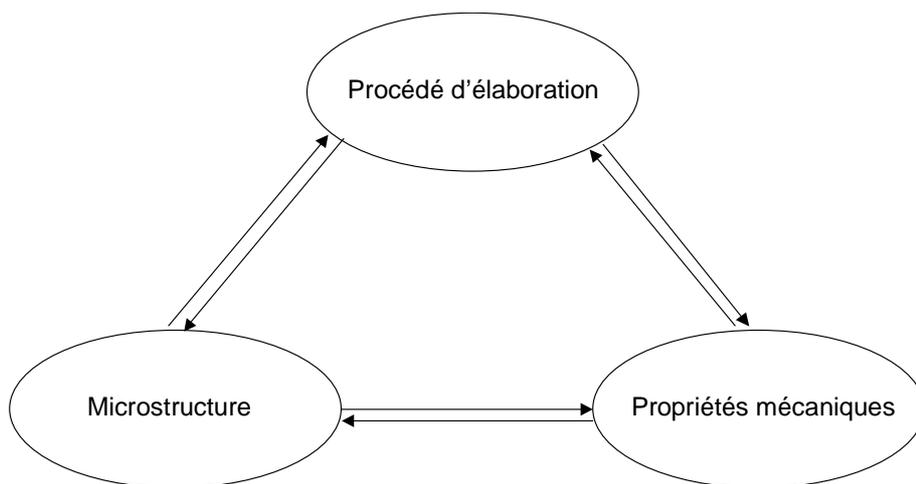


Figure 0.2 : Interaction entre le procédé d'élaboration utilisé, la microstructure du matériau créé et les propriétés mécaniques en résultant.

Dans ce contexte général, le projet de recherche réalisé dans le cadre de la présente thèse de doctorat suit une approche pluridisciplinaire comme le montre la **Figure 0.2**. L'idée à la base des travaux engagés était d'établir un lien entre le procédé d'élaboration, la microstructure du matériau créé et les propriétés mécaniques en résultant. Il s'agit donc d'une approche intentionnellement large visant à intégrer les aspects concernant le procédé d'élaboration, le mode de chargement et la vitesse de sollicitation dans l'étude du comportement mécanique du stratifié. Dans les travaux effectués, nous nous sommes concentrés sur un seul composant du matériau multicouche : le sous-stratifié tissé carbone/époxy. En ce qui concerne le procédé d'élaboration, nous avons comparé deux procédés particuliers : le procédé conventionnel consistant en une cuisson du stratifié en autoclave et un procédé alternatif fondé sur un chauffage par sources internes d'origine électrothermique (le chauffage par microondes). Deux modes de chargement ont été choisis pour analyser l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique du matériau : un chargement « hors axe » du renfort et un chargement « hors plan » du pli. Les études ont été accompagnées par des analyses microscopiques pour aborder les aspects de la microstructure et de l'endommagement.

Cette approche s'est déclinée en trois thèmes abordés dans le cadre de la présente thèse : le premier porte sur le procédé d'élaboration et les deux autres sur la réponse du matériau à une sollicitation mécanique à vitesse élevée. La **Figure 0.3** donne une vue d'ensemble des trois piliers du projet.

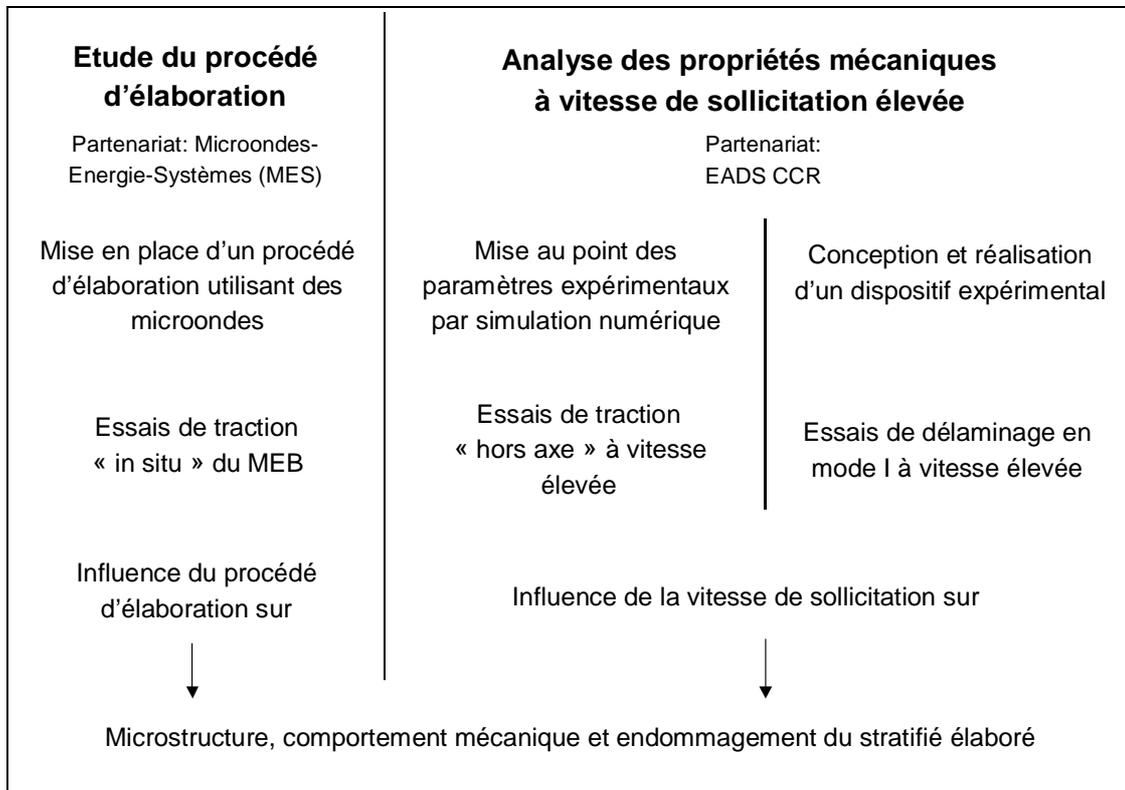


Figure 0.3 : Schéma du projet de recherche effectué dans le cadre de la thèse.

Le premier thème a pour objectif de déterminer l'influence des paramètres du procédé d'élaboration sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le développement de l'endommagement du stratifié. Pour ce faire, nous avons mis en place un procédé permettant l'élaboration du stratifié à partir de plis préimprégnés au moyen d'un chauffage par hystérésis diélectrique et par effet Joule. Cette étude a été effectuée en collaboration avec la société Microondes-Energie-Systèmes (MES), une PME spécialisée dans l'utilisation des microondes à but thermique. Le matériau ainsi élaboré est ensuite juxtaposé à un stratifié de constitution identique issu du procédé conventionnel en autoclave. Les deux stratifiés sont soumis à des essais de traction sous microscope électronique à balayage (« essais in-situ ») permettant la comparaison de la microstructure, du comportement mécanique et des phénomènes d'endommagement simultanément.

Un deuxième thème porte sur le comportement du stratifié sous un chargement de traction « hors axe » à vitesse élevée. La charge de traction est appliquée dans le plan du pli sous un angle de 45° par rapport au tissu de renfort. Les essais de traction sont effectués à des vitesses représentatives d'un crash. La validité des essais s'appuie sur des simulations de la mise en charge des éprouvettes par l'intermédiaire du code de calcul ABAQUS. Afin d'analyser les mécanismes d'endommagement intervenant au cours du chargement, les essais sont accompagnés par des observations microscopiques. On s'intéresse principalement au développement de l'endommagement au cours du chargement, à la fois à l'échelle microscopique (défauts de microstructure) et à l'échelle macroscopique (évolution des propriétés mécaniques).

Enfin, le troisième thème est consacré à un phénomène d'endommagement spécifique des composites stratifiés : le délaminage de plis lors d'un chargement en mode I. Ce phénomène joue un rôle important dans l'histoire de l'endommagement du stratifié hybride (**Figure 0.1**). Ici, l'objectif est de déterminer la résistance du stratifié à la propagation d'une fissure interlaminaire. Celle-ci est caractérisée par le taux de restitution d'énergie critique en mode I G_{Ic} . Caractéristique du matériau, G_{Ic} est en même temps une mesure de l'énergie absorbée par la propagation de la fissure. En collaboration étroite avec le CCR d'EADS, nous avons conçu et réalisé un nouveau dispositif expérimental permettant d'effectuer des essais de délaminage en mode I (des essais Double Cantilever Beam (DCB)) à des vitesses d'ouverture élevées et de déterminer ainsi G_{Ic} en fonction de la vitesse de sollicitation. L'approche expérimentale utilisée est validée en utilisant un matériau relativement bien connu grâce à des travaux antérieurs, un stratifié unidirectionnel (UD) carbone/époxy.

Chacun des trois chapitres du présent mémoire est consacré à un des trois thèmes. Le premier chapitre décrit la mise en place du procédé d'élaboration et la comparaison des matériaux élaborés. Le deuxième chapitre porte sur l'étude de traction hors axe et le troisième sur l'étude du délaminage des plis.

1 Modes d'élaboration et caractérisation multiphysique d'un stratifié carbone/époxy

1.1 Introduction

Dans l'introduction générale de ce manuscrit, nous avons présenté le contexte et le projet de recherche à la base des travaux engagés dans le cadre de la thèse. Dans l'objectif d'améliorer le stratifié multicouche utilisé dans les dispositifs absorbeurs de choc, deux approches ont été proposées : l'une sur la constitution du matériau (empilement des couches) et l'autre sur le procédé d'élaboration. La deuxième concerne avant tout la technique et les conditions de mise en oeuvre. Elle sera traitée en premier par le présent chapitre.

Le stratifié de cette étude est fabriqué à partir de plis préimprégnés : des nappes de renfort imprégnées par un mélange de résine époxy et de durcisseur. Le procédé de mise en oeuvre comprend essentiellement la réalisation de l'empilement de plis et le traitement thermique du composite. Le but du procédé est de faire fluer la résine et d'effectuer son durcissement. L'écoulement de la résine est important pour transformer l'empilement des plis préimprégnés en un matériau continu. Ensuite, le matériau atteint ses propriétés finales par la réticulation de la résine époxyde.

Un procédé couramment utilisé pour la mise en oeuvre de composites stratifiés est la cuisson en autoclave : typiquement, le composite est mis dans une atmosphère inerte où, pendant plusieurs heures, pression et chaleur sont appliquées simultanément. Les principaux paramètres de réglage du procédé sont la température, la pression et le temps. L'atmosphère à l'intérieur de l'autoclave est asservie en température. La température au sein de la pièce élaborée est pourtant plus difficile à maîtriser. Des études précédentes ont montré que des différences considérables peuvent exister entre la température de réglage, la température réelle dans l'autoclave et la température au cœur du composite élaboré (**Figure 1.1**). Ces différences sont dues aux capacités thermiques de l'autoclave, du moule et du composite ainsi qu'à l'exothermie de la réaction de réticulation dans la matrice. [Leg98]

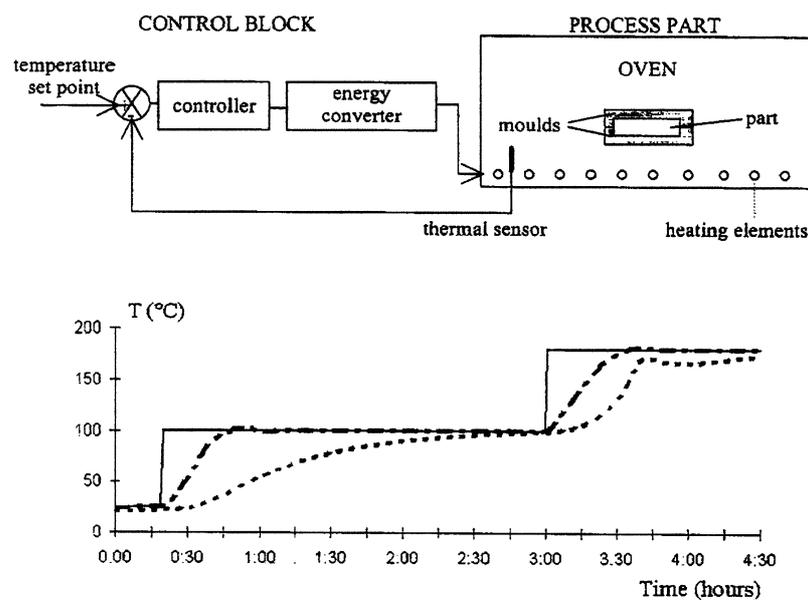


Figure 1.1 : Evolution des températures au cours de l'élaboration d'un composite carbone/époxy : — température de réglage ; - - - température de l'autoclave ; - - - température du composite [Leg98]

Comme, en autoclave, l'objet est chauffé par le milieu qui l'entoure, on parle d'un chauffage par sources externes. A priori, la chaleur est transmise à la surface de l'objet. Le transfert de chaleur vers l'intérieur de l'objet se fait uniquement par conduction thermique. L'élévation de température à cœur est donc dépendante de la géométrie de l'objet (largeur, épaisseur) et de la diffusivité thermique du matériau. Comme la conductivité thermique est relativement faible pour les époxydes (comme pour la plupart des matériaux polymères), la température atteinte au sein de la pièce élaborée n'est pas uniforme. La température joue pourtant un rôle important puisque la réaction de réticulation est thermodépendante. En plus, l'exothermie chimique amplifie davantage ces variations de température dans la pièce. La distribution spatiale de la température conditionne la valeur et l'uniformité du taux de réticulation. Elle a donc une influence considérable sur les propriétés mécaniques du composite élaboré. Toute optimisation du procédé aura pour but d'atteindre une distribution de température plus homogène et donc un taux de réticulation plus uniforme. Afin de tenir compte du retard de la montée en température dans la pièce par rapport à la commande de l'autoclave, on limite la vitesse de montée en température et prévoit des paliers suffisamment longs pour permettre la diffusion de chaleur. Ceci conduit à des longues durées de procédé et entraîne un coût de fabrication élevé.

Des procédés alternatifs sont étudiés pour surmonter ces difficultés inhérentes au procédé en autoclave. Une approche consiste en la création de sources de chaleur au sein de la pièce élaborée. Le chauffage par sources internes est bien connu pour les milieux conducteurs du courant électrique : dans les ateliers de fonderie d'aluminium par exemple, le chauffage par induction électrique est devenu la technique la plus couramment utilisée. Le chauffage par hystérésis diélectrique (microondes) entraîne à son tour un chauffage direct des milieux isolants. Il permet de créer des sources internes de chaleur au sein d'un diélectrique à condition qu'il s'agisse d'un milieu à pertes (milieu absorbant les microondes). A priori, lors d'un chauffage par sources internes, l'élévation de température est indépendante de la conductivité thermique du matériau. Ceci conduit à une distribution de température plus uniforme permettant de réaliser des montées en température plus rapides et des paliers plus courts. Un procédé utilisant des sources internes promet un composite de meilleure qualité tout en réduisant le temps de fabrication.

Dans ce contexte, l'objectif de la présente étude était de déterminer l'influence des paramètres du procédé d'élaboration sur les propriétés du stratifié élaboré. Un procédé alternatif a été mis en place permettant de fabriquer des stratifiés à base d'époxyde en utilisant un chauffage par hystérésis diélectrique. La création de sources internes de chaleur devrait permettre de mieux maîtriser la cinétique de température au sein du composite et d'améliorer les propriétés de la matrice et la qualité des interfaces entre plis.

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes concentrés sur un seul des composants du stratifié multicouche, le sous-stratifié tissé carbone/époxy. Ce matériau mérite une attention particulière en raison de ses propriétés diélectriques : la matrice époxy est un matériau isolant tandis que les fibres de carbone sont électriquement conductrices. Quand ce matériau est soumis à un champ électrique instationnaire, il subit une élévation de température due à deux effets physiques à la fois : l'hystérésis diélectrique dans la matrice et l'effet Joule dans les fibres. La propagation des microondes et la distribution du champ électrique en résultant sont très sensibles aux propriétés diélectriques du matériau et à la géométrie de la pièce élaborée. Le chauffage par hystérésis diélectrique exige donc une mise au point soignée de la technique appliquée. La méthode demande notamment une adaptation des interfaces rencontrées par les ondes afin d'assurer une bonne pénétration des ondes dans l'objet à chauffer et de maîtriser l'absorption de l'énergie transportée.

Le matériau élaboré par le nouveau procédé a été comparé à un matériau de référence fabriqué en autoclave à partir des mêmes plis préimprégnés. Des analyses de la microstructure et des essais de traction sous microscope électronique à balayage ont été effectués pour identifier l'influence du

procédé de fabrication sur le comportement mécanique et sur le développement de l'endommagement du stratifié.

Dans plusieurs études antérieures, le chauffage par hystérésis diélectrique s'est révélé comme avantageux pour l'élaboration des composites à base d'époxy renforcés par des fibres de verre [Jao01, Bai93]. La technique suscite également l'intérêt de l'industrie puisqu'elle promet à la fois une augmentation de la fréquence de production, une réduction de la consommation d'énergie et des coûts de fabrication, ainsi qu'un produit de meilleure qualité. Par exemple dans la fabrication de produits en caoutchouc, le préchauffage est souvent effectué par microondes pour atteindre une température voisine du point de vulcanisation. Dans un autre domaine, le chauffage par hystérésis diélectrique est utilisé pour la stérilisation des produits alimentaires. Ici, le défi est d'accélérer la montée en température afin d'obtenir un produit de meilleure qualité gustative sans perdre en durée de conservation.

Dans le présent chapitre, le matériau de l'étude et le procédé conventionnel (en autoclave) seront d'abord introduits en détail (paragraphe 1.2). Nous ferons ensuite un bref rappel des bases physiques des mécanismes de chauffage impliqués dans cette étude (1.3). Aux paragraphes 1.5 et 1.6, il s'agira de déterminer la distribution du champ électrique à l'intérieur de l'applicateur microonde utilisé. Le paragraphe 1.7 portera sur la mise en place du procédé et sur le choix du protocole de chauffage appliqué. Le paragraphe 1.8 va finalement juxtaposer le matériau élaboré au matériau de référence fabriqué en autoclave classique au Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS.

1.2 Le matériau de l'étude

Le sous-stratifié tissé carbone-époxy, un des composants du stratifié multicouche, a été choisi comme matériau de cette étude parce qu'il présente plusieurs particularités en termes de propriétés mécaniques et diélectriques. Il est composé d'une matrice époxy diélectrique et d'un renfort carbone conducteur du courant électrique. Comme le renfort est fortement orienté, il s'agit d'un matériau anisotrope aussi bien en termes de comportement mécanique qu'en ce qui concerne ses propriétés diélectriques. Le présent paragraphe résume quelques propriétés physiques des composants, des plis préimprégnés et du stratifié élaboré.

1.2.1 Les propriétés physiques des composants du stratifié carbone/époxy

Le préimprégné *Vicotex® 914/42%/G803-120cm* est un stratifié à base de la résine époxy 914 renforcée par un tissu de fibres longues de carbone (G803). La matrice est une résine de polymère thermodurcissable avec une température de réticulation de 175°C. Grâce à sa température de transition vitreuse T_g de 190°C, la résine 914 est fréquemment utilisée dans le domaine aéronautique pour des structures ayant à résister aux hautes températures. Le fournisseur des préimprégnés, HEXCEL Composites, donne les diagrammes reproduits dans la **Figure 1.2** pour l'évolution de la viscosité et du temps de gel de la matrice en fonction de la température.

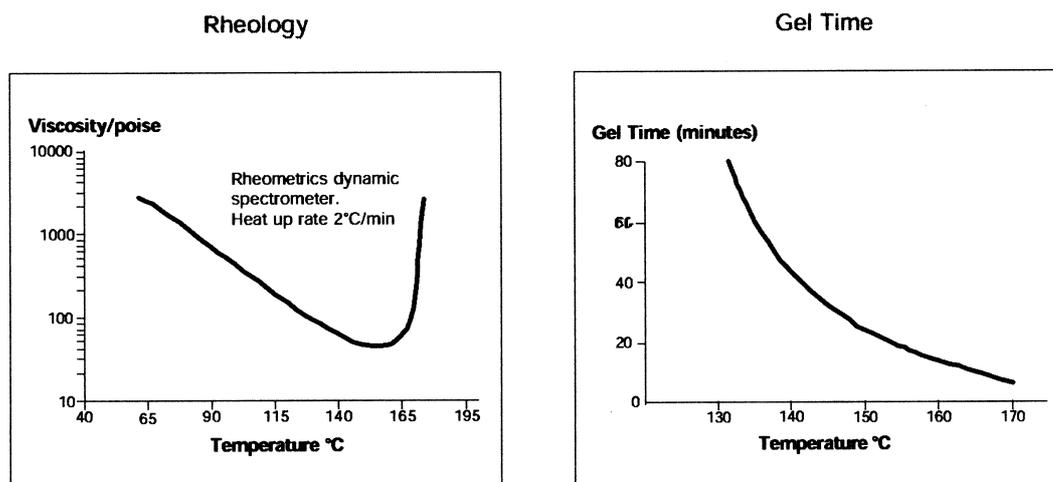


Figure 1.2 : Viscosité et temps de gel en fonction de la température de la matrice époxy 914. [Hex97]

On constate qu'une montée continue en température à 2°C/min entraîne une forte diminution de la viscosité (deux décades entre 60° et 150°C) avant que la réticulation intervienne autour de 160°C. Pour la matrice, les propriétés physiques les plus importantes pour notre étude ont été rassemblées dans le **Tableau 1.1**. Les données proviennent pourtant de plusieurs sources différentes. Elles sont données soit pour la résine 914, soit pour une autre résine époxyde considérée comme comparable. Pour chaque valeur spécifiée, nous indiquons donc la résine correspondante.

Masse volumique	HEXCEL 914	ρ	1300 kg/m ³
Température de transition vitreuse	HEXCEL 914	T_g	190°C
Coefficient de dilatation thermique	CIBA CY 225	α	30...60·10 ⁻⁶ K ⁻¹

Conductivité thermique	CIBA CY 225	λ	0,2...0,8 W/(m·K)
Capacité calorifique	CIBA CY 225	c_p	0,8...1,2 kJ/(kg·K)
Résistivité électrique	CIBA CY 225	ρ	$10^{15} \dots 10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$
Conductivité électrique	CIBA CY 225	σ	$10^{-13} \dots 10^{-14} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$
Permittivité diélectrique (3 GHz)	« Araldite »	ϵ'	$3,14 \cdot \epsilon_0$
Caractéristique de pertes diélectriques (3 GHz)	« Araldite »	ϵ''	$0,076 \cdot \epsilon_0$

Tableau 1.1 : Propriétés physiques de l'époxyde à l'état réticulé [Hex97, Bar92, Met83].

Le renfort G803 est un tissu équilibré de fibres de carbone de haute résistance (HR). Le fil de base de ce tissu est la mèche T300 3K constituée de 3000 filaments de carbone T300. Les fibres de carbone sont fabriquées à partir des fils de polyacrylonitrile (PAN), leur précurseur. Le procédé d'élaboration des fibres de carbone HR prévoit un filage et un étirage (jusqu'à 500% d'allongement) accompagnés de deux traitements thermiques : le premier est appelé *oxydation* et consiste en une exposition à l'air entre 200 et 300°C pendant quelques heures. Le deuxième traitement est appelé *carbonisation* et prévoit quelques minutes sous gaz inerte entre 700 et 1400°C. Contrairement aux fibres à haut module (HM), les fibres HR ne subissent pas de traitement de *graphitisation* (entre 2000 et 3000°C). Le contenu en carbone de la fibre HR varie entre 90% et 97%, le reste étant composé d'azote, d'oxygène et d'hydrogène. Malgré l'existence de zones cristallines désordonnées et peu développées, le carbone HR est considéré comme chimiquement amorphe. Le filage et l'étirage entraînent pourtant une orientation des chaînes moléculaires du matériau dans des directions préférées et créent ainsi une anisotropie dans la fibre même [Luy94]. Le **Tableau 1.2** donne les principales caractéristiques de la fibre T300. Les données sont issues en parties des fiches techniques publiées par les fournisseurs HEXCEL et SOFICAR et de quelques ouvrages de référence.

Masse volumique	HEXCEL T300	ρ	1760 kg/m ³
Diamètre de la fibre	HEXCEL T300	d_f	7 μm
Coefficient de dilatation thermique longitudinale (à 0°)	TORAYCA T300	α	$-0,41 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Conductivité thermique en direction longitudinale (à 0°)	TORAYCA T300	λ	10,5 W/(m·K)
Capacité calorifique	TORAYCA T300	c_p	796,1 J/(kg·K)
Résistivité électrique	(non spécifié)	ρ	$1,7 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$
Conductivité électrique	(non spécifié)	σ	$58,8 \cdot 10^3 (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$

Tableau 1.2 : Propriétés physiques des fibres de carbone HR [Hex98, Sof03, Luy94, Gar84].

Avec une valeur de $58,8 \cdot 10^3 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$, la conductivité électrique du carbone des fibres est comparable à celle du graphite ($\sigma_{\text{graphite}} \approx 71 \cdot 10^3 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$). Elle est d'un facteur 1000 plus faible que celle du cuivre ($\sigma_{\text{Cu}} \approx 58 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) et par plusieurs ordres de grandeur plus élevée que celle des isolants : par exemple, la conductivité du polyéthylène est de l'ordre de $10^{-14} \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. Le stratifié doit donc être considéré comme un assemblage d'un matériau isolant et d'un matériau conducteur. [Gar84]

1.2.2 Constitution des plis préimprégnés et de l'empilement réalisé

Les propriétés du préimprégné G803/914 connues au départ de notre étude sont résumées dans le **Tableau 1.3**. Les données s'appuient sur les spécifications du fournisseur (fiche technique) et quelques références trouvées dans la littérature.

Nombre de fibres par mèche	T300 3K		3000
Section du fil de base	T300 3K		0,11 mm ²
Masse linéique du fil de base	T300 3K	m_l	198 tex (1tex=1g/1000m)
Structure du tissu	G803		Satin 5
Masse surfacique du tissu	G803		285 g/m ²
Masse surfacique du préimprégné	G803/914	m_s	491 g/m ²
Épaisseur du pli polymérisé	G803/914	e_p	0,308 mm
Fraction massique de fibres dans le pli préimprégné	G803/914	f_m	42 %
Fraction volumique de fibres dans le pli préimprégné (valeur calculée à partir de f_m)	G803/914	f_v	50,5 %

Tableau 1.3 : Propriétés des préimprégnés G803/914 [Hex98, Hoc00, Sof03].

Les nappes sont tissées selon une texture appelée *Satin 5* équilibrée dans les sens chaîne et trame. Cela crée deux directions perpendiculaires de propriétés identiques dans le plan du pli. D'un point de vue mécanique, la constitution du stratifié sera décrite plus en détail au chapitre 2 de ce mémoire. La **Figure 1.3** montre schématiquement la texture du tissu.

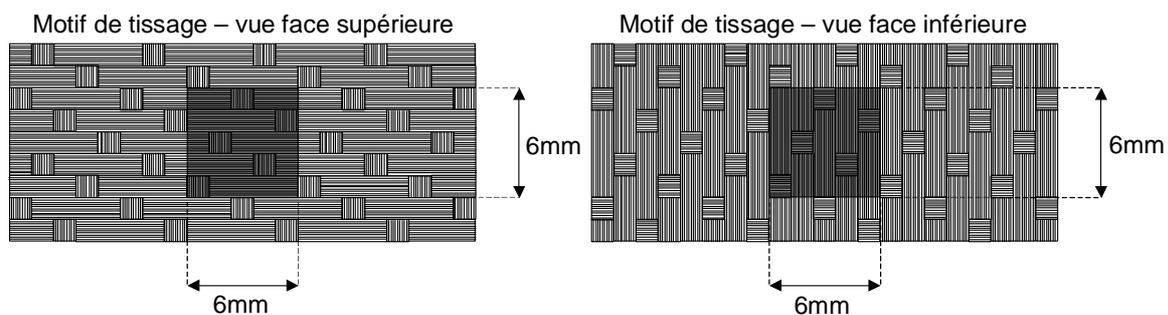


Figure 1.3 : Tissage *Satin 5* du pli G803/914 avec le motif élémentaire répétitif.

Le matériau étudié dans le cadre de la présente étude est constitué d'un empilement de huit plis, tous orientés de manière identique. Avec une épaisseur du pli polymérisé de 0,31mm, l'empilement donne une épaisseur finale d'environ 2,5mm (**Figure 1.4**). Lors des essais mécaniques de cette étude (paragraphe 1.8 ci-dessous), le composite élaboré a été soumis à un chargement de traction à un angle de 45° par rapport aux fibres orientées selon les directions 1 et 2.

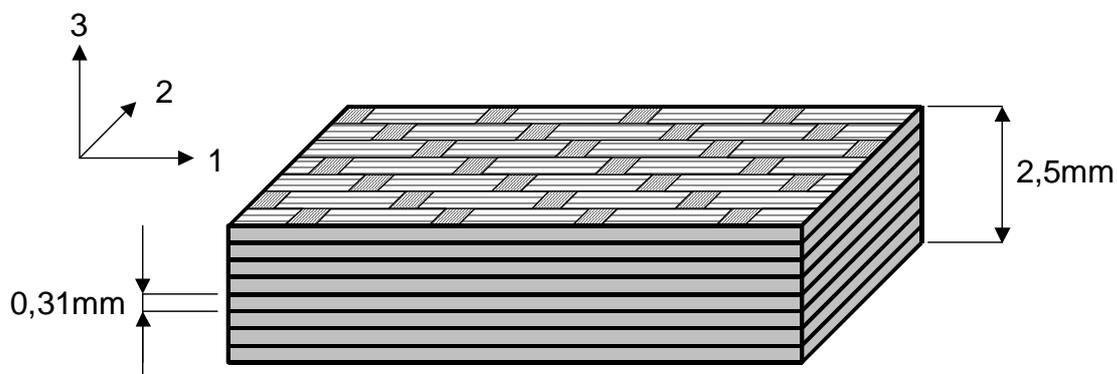


Figure 1.4 : Empilement des huit plis du stratifié carbone/époxy étudié.

1.2.3 Etude des propriétés diélectriques du stratifié tissé carbone/époxy

Dans la perspective d'élaborer ce matériau par un procédé utilisant des microondes, nous avons cherché à déterminer les propriétés diélectriques du pli préimprégné : la permittivité ϵ' et le coefficient de pertes ϵ'' . Les deux propriétés conditionnent le comportement du matériau vis à vis des microondes, notamment l'intensité du champ électrique au sein de l'objet élaboré (ϵ') et la conversion en chaleur de l'énergie transportée par les ondes (ϵ''). Les équations physiques correspondantes seront données au paragraphe 1.3. Les deux paramètres varient en fonction de la fréquence des microondes et de la température du matériau. Typiquement, pour une application des microondes à but thermique, la fréquence d'excitation reste fixe. Par contre, le procédé d'élaboration prévoit une montée considérable en température. La transformation chimique du matériau en résultant (réticulation de la matrice) influence à son tour ses propriétés diélectriques. Pour la mise en place d'un procédé utilisant des microondes, il est donc indispensable de connaître l'évolution de ϵ' et ϵ'' du matériau en fonction de la température.

La méthode utilisée pour analyser les propriétés diélectriques du stratifié de cette étude a été développée et est exploitée depuis de nombreuses années par l'équipe *Thermomécanique et Thermocinétique des Procédés* du Laboratoire [Oll88, Del91]. Elle est fondée sur les petites perturbations de la résonance que crée un échantillon diélectrique dans une cavité électromagnétique résonnante. L'échantillon consiste en une petite quantité (quelques milligrammes) du produit dont les caractéristiques sont à déterminer. Il est placé à un endroit de la cavité où l'intensité du champ électrique atteint un maximum. A l'une de ses extrémités, la cavité est alimentée par une antenne émettrice à une faible puissance de l'ordre de 1W. La mesure de la puissance transmise par une antenne réceptrice placée à l'extrémité opposée permet de détecter les conditions de résonance de la cavité. (Figure 1.5)

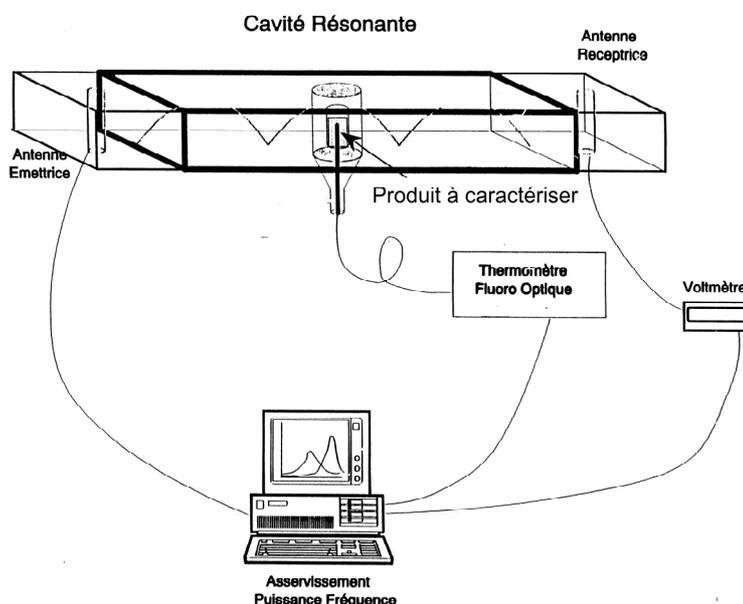


Figure 1.5 : Système de mesure diélectrique - méthode de petites perturbations [Jao01].

La température de l'échantillon est mesurée in-situ par une sonde à fibre optique reliée à un thermomètre à fluorescence. Par l'intermédiaire d'un flux d'air chaud avec un asservissement en température, l'échantillon est soumis à un cycle thermique composé d'une montée en température à environ 200°C suivie par une descente jusqu'à température ambiante. Au cours du cycle, des

points de mesure sont pris toutes les secondes. Chaque point de mesure comprend trois valeurs : la température de l'échantillon et les propriétés diélectriques ϵ' et ϵ'' correspondantes. Pour chaque température relevée, un balayage en fréquence est effectué sur une bande de 14 MHz autour de la fréquence nominale de 2,45 GHz afin de déterminer les conditions de résonance. La permittivité ϵ' est déterminée à partir de la fréquence de résonance la plus proche de 2,45GHz. La mesure de la puissance transmise donne accès au coefficient de pertes ϵ'' . L'ensemble des points de mesure déterminés fournit donc l'évolution des propriétés ϵ' et ϵ'' du matériau étudié en fonction de la température. Si le matériau subit une réaction chimique au cours du cycle, comme par exemple la polymérisation d'une résine époxyde, les mesures prises à la descente sont représentatives de l'état après cette transformation. La technique a été décrite plus en détail dans plusieurs travaux antérieurs. On se référera, par exemple, à la thèse de Jao-Jules [Jao01].

Afin d'analyser les propriétés diélectriques du stratifié G803/914 de cette étude, nous avons prélevé un échantillon de 33,5mg dans un pli de tissu préimprégné. Dans un premier temps, l'échantillon a été positionné dans la cavité de façon à ce que les fibres du tissu soient orientées à répartition égale à $+45^\circ$ et à -45° par rapport au champ électrique. La **Figure 1.6** montre le cycle de température imposé à l'échantillon ainsi que l'évolution des propriétés diélectriques en résultant.

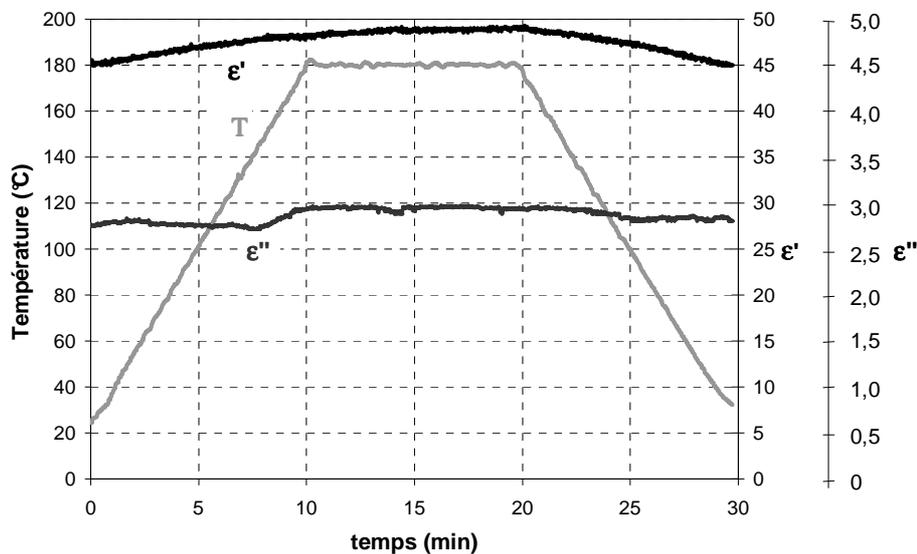


Figure 1.6 : Cycle de température et propriétés diélectriques du tissu préimprégné G803/914 orienté à 45° par rapport au champ électrique.

On constate une augmentation de la permittivité apparente ϵ' lorsque la température monte. Par contre, le paramètre ϵ'' se montre presque insensible à la température jusqu'à ce que la réticulation de la matrice intervienne. Celle-ci se traduit par une augmentation rapide de ϵ'' aux alentours de 160°C . Lors de la descente en température, l'évolution de ϵ'' ne suit donc pas le même chemin que lors de la montée. Toutefois, la permittivité ϵ' ne semble pas être affectée (ou seulement très peu) par la réticulation. Une représentation courante de ces résultats est de tracer ϵ' et ϵ'' en fonction de la température. Ceci fait apparaître la différence entre la montée et la descente qui est due à la réticulation de la matrice en fin de montée. La **Figure 1.7** compare les propriétés diélectriques du stratifié étudié à celles d'un système époxy non renforcé (CIBA M10). Ce dernier dispose de propriétés bien représentatives des systèmes époxy [Bar92]. Les propriétés du stratifié étudié s'avèrent être plus élevées d'un facteur 10 que les propriétés respectives des époxydes non renforcées : pour le stratifié, ϵ' varie entre 45 et 50 et ϵ'' entre 2,7 et 3.

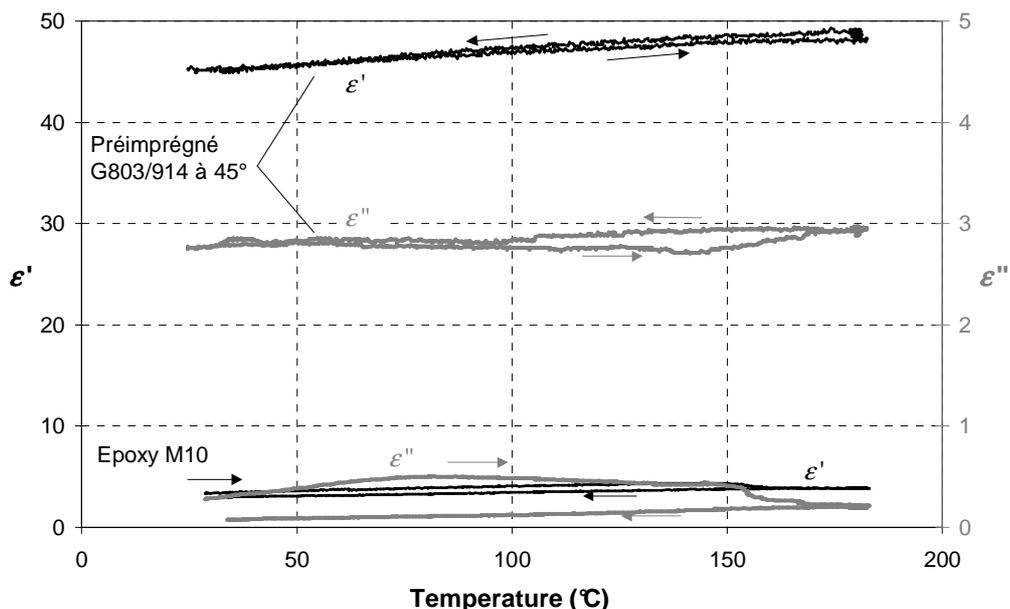


Figure 1.7 : Evolution des propriétés diélectriques du stratifié G803/914 à 45° et de la résine M10.

La comparaison des caractéristiques diélectriques du stratifié à celles d'une résine époxy non-renforcée suggère que la conductivité électrique des fibres soit à l'origine des fortes valeurs mesurées de ϵ' et ϵ'' . Cette hypothèse se trouve confirmée quand on fait varier l'orientation de l'échantillon par rapport au champ électrique. Pour ce faire, plusieurs mèches de fibres (41,2mg) ont été extraites du pli préimprégné et ont été placées dans la cavité à un angle de 90° par rapport au champ. La **Figure 1.8** montre que l'orientation des fibres joue avant tout sur la valeur du paramètre ϵ' : la permittivité apparente est divisée par 2 par rapport à celle du tissu orienté à 45°. Les deux propriétés restent néanmoins très élevées par rapport à celles de l'époxy non-renforcé.

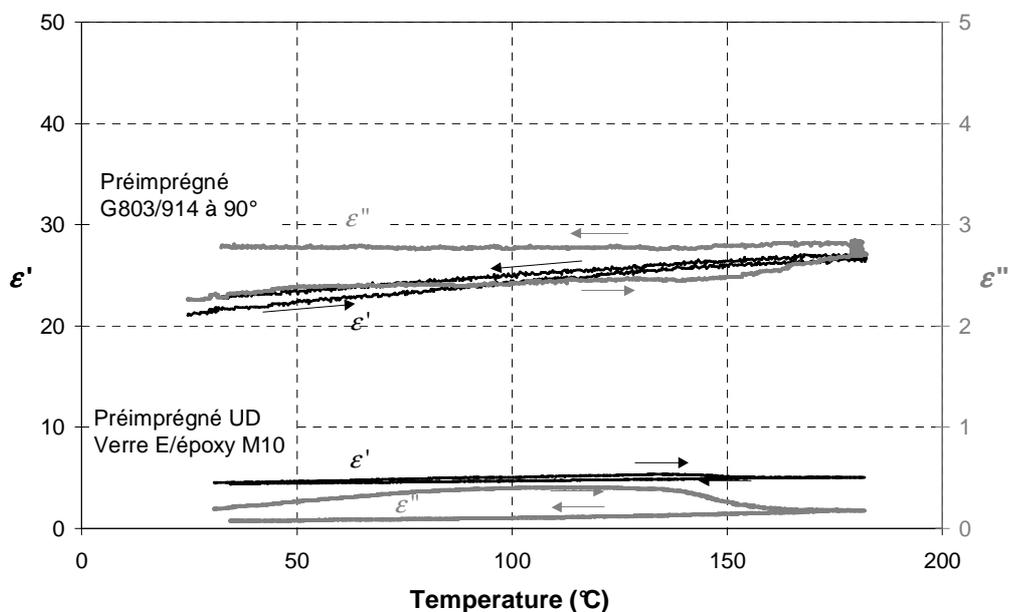


Figure 1.8 : Propriétés diélectriques des mèches préimprégnées extraites du G803/914 et orientées à 90°. Propriétés diélectriques d'un préimprégné UD verre E/époxy M10.

Un facteur d'influence encore plus important que l'orientation est la nature du renfort. Dans des études antérieures effectuées au Laboratoire, un stratifié composé d'une matrice M10 renforcée par des fibres unidirectionnelles de verre E s'est révélé avoir des propriétés diélectriques très voisines de celles de la matrice. (**Figure 1.8**) [Jao01]

Grâce aux résultats obtenus, nous constatons que le stratifié carbone/époxy de notre étude est un matériau à permittivité équivalente très élevée disposant de fortes pertes diélectriques. Il s'agit donc d'un matériau fortement absorbant de l'énergie des microondes. La conductivité électrique des fibres de carbone joue un rôle important dans ce phénomène. Comme le renfort est fortement orienté, la permittivité apparente du stratifié varie en fonction de son orientation par rapport au champ électrique. Le procédé d'élaboration mis en œuvre devra tenir compte de l'anisotropie diélectrique du matériau. Il est pourtant à noter que les dimensions des fibres (diamètre $7\mu\text{m}$) sont très petites devant la longueur d'onde (plusieurs centimètres) des microondes à 2,45 GHz. Ceci implique que le stratifié se comporte par rapport aux microondes comme un matériau homogène disposant des propriétés diélectriques mesurées.

1.2.4 Description du procédé d'élaboration « classique » du stratifié

Le matériau de référence pour notre étude a été élaboré par le Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS par un procédé de moulage au sac en autoclave. Dans ce procédé dit « classique », l'empilement des huit plis à polymériser est emballé dans un tissu d'arrachage perméable (*T89* ou *Bleeder Lease B*) et placé sur un outillage métallique – un moule ou, comme dans notre cas, une plaque. Une feuille de tissu « téflonisé » (un tissu recouvert de PTFE avec le nom commercial *Kemflon*) placée en dessous du composite protège le moule du contact direct avec la résine. Au-dessus, un film poreux (*Vac-pack poreux*) sépare le composite emballé du feutre de drainage (*664*). Ce dernier a pour fonction d'absorber l'excédent de résine dégagé par le composite au cours de sa mise en œuvre. L'ensemble est couvert par une bâche à vide (le « sac », *Vessie Ipplon dp 1000*) attachée au moule par un joint d'étanchéité (*Bidim GS2 13*) entourant toute la pièce élaborée. Ceci permet d'aspirer l'air de l'intérieur du sac et de mettre le composite sous vide. La configuration complète réalisée pour le moulage au sac est représentée par la **Figure 1.9**.

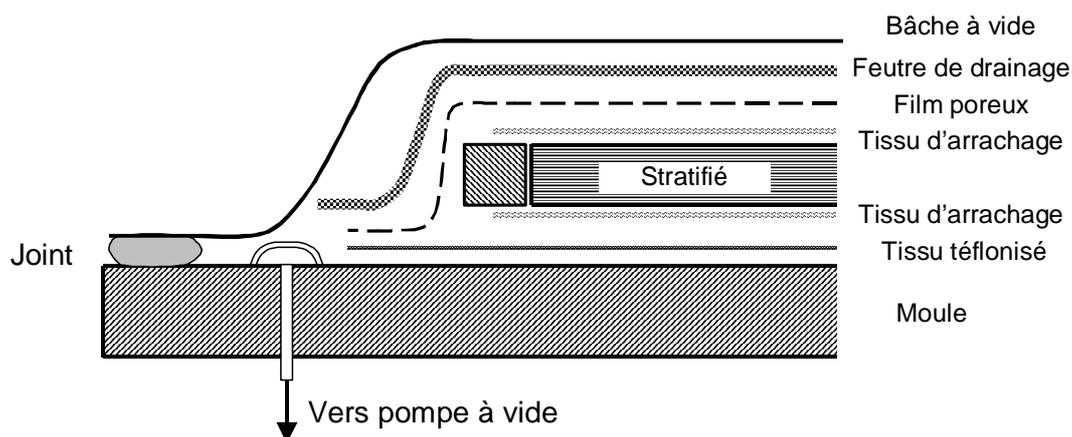


Figure 1.9 : Disposition pour le moulage au sac du stratifié G803/914 en autoclave.

Le procédé de référence consiste en une cuisson du composite sous atmosphère d'azote au sein d'un autoclave piloté selon le cycle de température montré par la **Figure 1.10**. Pendant la phase de préchauffage, la pression à l'intérieur du sac est réduite à $p_{int}=0,1$ bar. Au cours de la première montée en température, la pression dans l'autoclave est augmentée à $p_a=7$ bars. En même temps, l'intensité du vide est diminuée : $p_{int}=0,9$ bar. Cette valeur est maintenue par la suite jusqu'à la fin

du procédé. Le cycle de polymérisation appliqué prévoit deux paliers de température : un premier à une température de 135°C durant 1h et un deuxième à 180°C durant 2h. Le procédé de fabrication s'achève par un refroidissement contrôlé et le démoulage de la pièce élaborée.

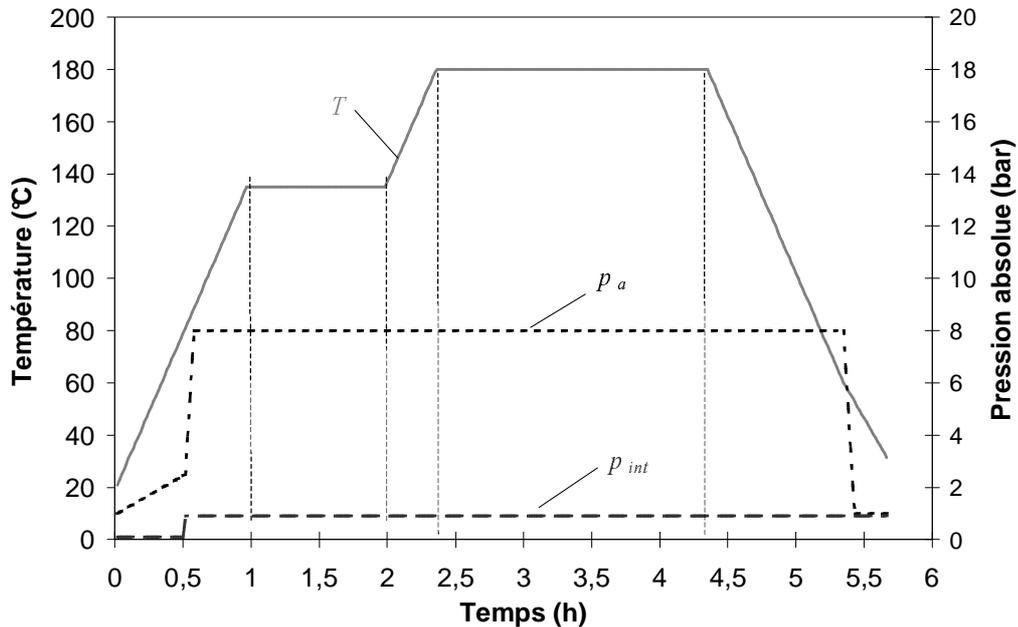


Figure 1.10 : Cycle de polymérisation – paramètres de réglage de l'autoclave.

L'augmentation de la température entraîne une forte diminution de la viscosité de la résine 914. La cinétique de chauffage est donc responsable de l'écoulement de la résine : le premier palier de température permet à la résine de remplir les interstices du tissu et de l'empilement. Comme le montre la **Figure 1.2**, la viscosité minimale d'environ 50 Poises est atteinte à une température de 155°C. A cette température, le temps de gel de la matrice est déjà réduit à 20 min. La température du premier palier (135°C) représente donc un optimum : une température suffisamment élevée pour faire diminuer la viscosité tout en restant assez loin de 160°C pour ne pas déclencher une réticulation massive.

La pression hydrostatique de 7 bars appliquée pendant le procédé vient en aide à l'écoulement de la résine. Elle entraîne un compactage du stratifié et aide à extraire l'excédent de résine du composite. Ceci permet de chasser des éventuelles bulles d'air et d'éviter ainsi la formation de pores aux interfaces entre les plis. Lors d'un moulage au sac, le vide appliqué permet de tenir le stratifié à l'abri de l'oxygène de l'air et facilite le processus de dégazage du stratifié.

Au cours du deuxième palier, quand le stratifié atteint une température supérieure à 160°C, la réaction chimique entre la résine et le durcisseur entraîne la réticulation de la matrice et donc un durcissement en quelques minutes (**Figure 1.2**). Si des fortes variations locales de température persistent au sein du stratifié, la réticulation ne s'effectuera que localement. L'exothermie de la réaction a tendance à amplifier davantage les différences locales de température. Des variations de température au sein du volume de l'objet élaboré entraînent ainsi des variations locales du taux de réticulation. Ceci peut créer des contraintes internes à l'intérieur du composite qui risquent d'altérer ses propriétés mécaniques.

Nous nous attendons donc à ce que le procédé d'élaboration appliqué joue essentiellement sur les propriétés de la matrice et sur la qualité des interfaces entre plis. Comme les fibres de carbone ne subissent pas de transformation chimique aux températures atteintes, le procédé ne devrait pas influencer les propriétés du renfort.

1.3 Comparaison des modes de chauffage

1.3.1 Mode de chauffage par sources externes

Lors du procédé d'élaboration classique décrit au paragraphe précédent, le composite est chauffé par échange de chaleur avec l'ambiance chaude à l'intérieur de l'autoclave. Comme les sources de chaleur se situent principalement à l'extérieur de la pièce élaborée, on parle d'un chauffage par sources externes. La différence de température entre la pièce élaborée et le milieu autour est à l'origine des flux de chaleur \dot{q}_{ext} . Ces derniers entraînent une élévation de la température T de la pièce dépendant de sa capacité calorifique ρc_p . De manière simplifiée, cela s'exprime par

$$\rho c_p \frac{dT}{dt} = \sum \nabla \dot{q}_{ext} \quad \text{avec} \quad \sum \dot{q}_{ext} = \dot{q}_{cond} + \dot{q}_{conv} + \dot{q}_{rad}, \quad (1.1)$$

∇ étant l'opérateur de Nabla.

Les trois mécanismes de transfert de chaleur rentrant en jeu sont la conduction (par le contact de la pièce élaborée au moule), la convection naturelle ou forcée (à partir du fluide entourant le composite) et, dans une moindre mesure, la radiation (entre les parois chaudes de l'autoclave et la pièce élaborée).

Le flux de chaleur \dot{q}_{cond} dû à la conduction thermique est décrit par les lois de Fourier. Ici, λ est la conductivité thermique du matériau, A la surface de contact entre la pièce et le moule et dT/dx le gradient de température. [Leg98]

$$\dot{q}_{cond} = -\lambda A \frac{dT}{dx} \quad \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (1.2)$$

La convection thermique dépend du coefficient de transmission de chaleur α , de la surface de contact A , de la température en surface T_s et de la température du fluide T_∞ loin de la surface de l'objet. La valeur de α varie selon l'origine du mouvement du fluide : convection naturelle ou forcée.

$$\dot{q}_{conv} = \alpha A (T_s - T_\infty) \quad (1.3)$$

L'échange de chaleur entre deux corps gris par radiation est décrit par la loi de Stefan et Boltzmann : \dot{q}_{rad} est une fonction des coefficients d'émission ε_i , des surfaces A_i et des deux températures T_i des deux objets, ainsi que de la constante de Stefan-Boltzmann σ .

$$\dot{q}_{rad} = F(\varepsilon_1, \varepsilon_2, A_1, A_2) \sigma (T_1^4 - T_2^4) \quad (1.4)$$

Pour tous les trois mécanismes, le flux de chaleur suit un gradient de température entre l'objet et son entourage : $T_{amb} > T_{obj}$. Comme la chaleur pénétrant l'objet doit traverser la surface, la température de l'objet s'élève d'abord en surface. Le transfert de chaleur de la surface vers l'intérieur de l'objet s'effectue ensuite par conduction thermique (diffusion de chaleur). Ceci entraîne un gradient de température négatif de l'extérieur vers l'intérieur de l'objet qui est en même temps la force motrice de la diffusion de chaleur. La température T_C au cœur d'une plaque épaisse chauffée en surface des deux côtés à T_s est donnée en fonction de la température initiale $T_{C,ini}$, de la température de surface T_s et du temps t par l'équation (1.5).

$$T_C(t) = T_s - (T_s - T_{C,ini}) e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (1.5)$$

L'évolution de T_C est liée à une constante de temps τ dépendant du carré de l'épaisseur L de la plaque, de la capacité calorifique ρc_p et de la conductivité thermique λ du matériau.

$$\tau = \frac{L^2 \rho c_p}{\lambda} \quad (1.6)$$

Ceci conduit à une distribution de température sur l'épaisseur comme le montre la **Figure 1.11**. La constante de temps joue un rôle important lorsqu'il s'agit d'élaborer des objets épais en matériaux à faible conductivité thermique (notamment en matériaux polymères) : τ devient alors le facteur limitant la vitesse de montée en température afin d'éviter les forts gradients de température au sein de l'objet. Dans le cas du chauffage par sources externes, la température maximale atteinte est bien définie ($T_{max}=T_S$ lorsqu'il s'agit d'un chauffage par conduction). Elle n'est pourtant atteinte au cœur d'une pièce épaisse que pour des temps t très longs ($t \rightarrow \infty$).

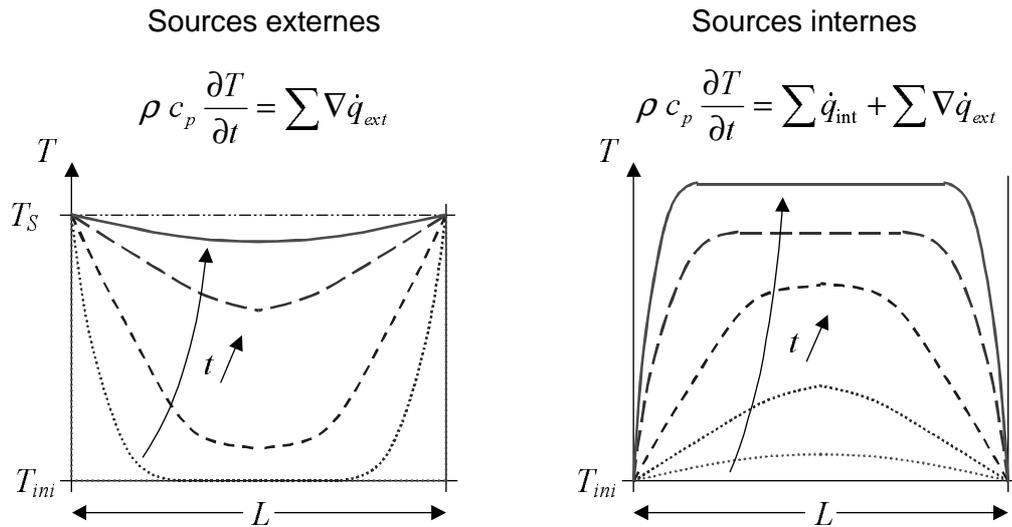


Figure 1.11 : Comparaison des gradients de température entre les modes de chauffage.

1.3.2 Mode de chauffage par sources internes

Une alternative au procédé classique est le chauffage par sources internes. Cette approche permet un chauffage direct moyennant la création de sources de chaleur à l'intérieur de l'objet, sans passer par une ambiance chaude. La température de l'objet devient donc supérieure à celle du milieu qui l'entoure. Des échanges de chaleur s'effectuent par les mêmes mécanismes (conduction, convection et radiation) que dans le cas du chauffage par sources externes, mais en sens inverse. Cette fois-ci, ils représentent des pertes de chaleur. L'élévation de température dépendra de la capacité thermique ρc_p de l'objet, de l'intensité volumique des sources de chaleur \dot{q}_{int} et des échanges de chaleur avec l'extérieur \dot{q}_{ext} . Le bilan d'énergie pour le chauffage par sources internes avec pertes de chaleur est donné par l'équation (1.7).

$$\rho c_p \frac{dT}{dt} = \sum \dot{q}_{int} + \sum \nabla \dot{q}_{ext} \quad (1.7)$$

La température en surface de l'objet est imposée par le milieu autour : $T_s = T_{amb} = const$. Au sein de l'objet, la température augmente donc en fonction de la distance à la surface ce qui crée un gradient de température positif de l'extérieur vers l'intérieur : un gradient inverse par rapport au chauffage par sources externes (**Figure 1.11**).

A une distance suffisamment grande de la surface, la distribution de la température au sein de l'objet ne dépend que de l'intensité et de la répartition spatiale des sources de chaleur. A condition que les sources de chaleur soient réparties de manière uniforme dans le volume, la distribution de température est uniforme. Le chauffage par sources internes entraîne alors un chauffage homogène de l'objet indépendamment de la conductivité thermique du matériau. Cette approche est donc particulièrement intéressante pour chauffer des matériaux isolants comme les céramiques et les polymères. La température finale atteinte est pourtant plus difficile à maîtriser : a priori, la température continue à monter tant qu'il y a un apport de chaleur \dot{q}_{int} au système. En même temps, les échanges de chaleur avec l'extérieur s'accroissent quand la température de l'objet augmente. La température n'atteint donc de valeur stable que lorsqu'il y a égalité entre la chaleur fournie par les sources internes et les pertes de chaleur vers l'ambiance : $\sum \nabla \dot{q}_{ext} = -\sum \dot{q}_{int}$ dans l'équation (1.7).

En fonction du matériau, plusieurs phénomènes peuvent entraîner la création de sources internes de chaleur. Ici, trois mécanismes seront considérés plus en détail :

- une réaction chimique à caractère exothermique,
- le chauffage des conducteurs imparfaits dû au courant électrique (l'effet Joule),
- le chauffage des milieux isolants par l'effet d'hystérésis diélectrique.

La réaction chimique de réticulation de la matrice époxyde

Un des phénomènes entraînant la création des sources internes de chaleur est la réaction chimique exothermique d'un système réactif. Lors de la réticulation des résines époxydes, le durcisseur (en général, une amine ou un anhydride d'acide) réagit avec la résine pour former un réseau tridimensionnel. Il s'agit d'une réaction de polyaddition : contrairement à d'autres types de polymérisation (la polycondensation par exemple), la polyaddition s'effectue sans départ d'eau ou d'autre produit chimique. Toutefois, une quantité spécifique de chaleur est dégagée par la réaction et se traduit en une élévation de température du mélange réactif. La quantité totale de chaleur dégagée jusqu'à atteindre un taux de réticulation de 100% est donc proportionnelle à la masse de la pièce élaborée.

Le mélange de résine et de durcisseur est réactif à température ambiante. La vitesse de réaction est pourtant dépendante de la température : elle est fortement augmentée par un apport d'énergie thermique. A cause de l'exothermie, la réaction s'autoaccélère et risque de générer une montée rapide de la température du système. Cela se traduit par un pic de température dont l'ampleur est d'autant plus importante que la température initiale du mélange est élevée, surtout, si la chaleur produite ne peut pas être évacuée vers l'ambiance. La **Figure 1.12** montre une possible évolution de la température d'un même mélange réactif pour deux températures d'étuve différentes : 120°C et 160°C respectivement. Les surfaces hachurées sous les deux courbes sont équivalentes. La quantité de chaleur dégagée dans les deux cas est donc identique. Pour la courbe II, la température maximale atteinte est pourtant considérablement plus élevée que la température imposée à l'étuve et risque d'entraîner une dégradation du matériau. [Bar92]

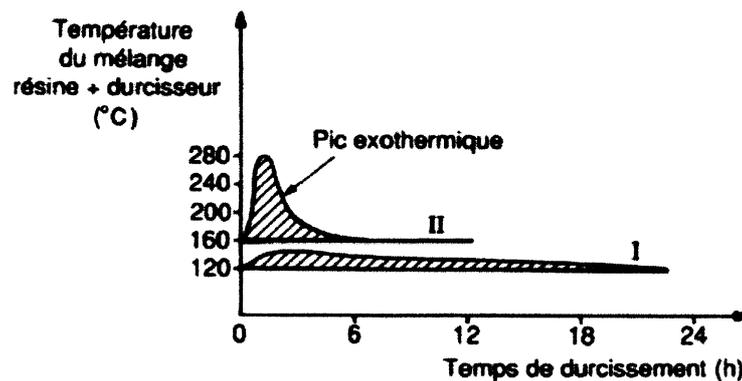


Figure 1.12 : Evolution de température du mélange réactif pour deux températures d'étuve différentes (courbe I : étuve à 120°C, courbe II : étuve à 160°C). [Bar92]

Si la distribution de température au sein de la pièce élaborée est hétérogène, la réaction risque de s'emballer aux points les plus chauds tout en amplifiant les différences locales de la température. La maîtrise de la chaleur dégagée par la réaction de réticulation représente donc un défi pour la mise au point d'un procédé d'élaboration. Malgré le fait que l'exothermie crée des sources internes de chaleur, elle n'est pas apte à équilibrer la distribution volumique de température dans la pièce élaborée.

Chauffage de matériaux conducteurs par l'effet Joule

Dans les matériaux conducteurs de courant électrique, notamment les métaux, des sources internes de chaleur peuvent être créées par l'effet Joule : le chauffage dû à la résistance électrique. Un champ électrique \vec{E} agit sur la matière en exerçant une force sur les charges électriques. Une manière de générer un champ électrique au sein d'un conducteur est d'appliquer une tension électrique à ses extrémités. Comme le matériau conducteur dispose de charges libres, un courant électrique s'installera suivant la direction du champ imposé. Selon la loi d'*Ohm*, la densité de courant \vec{j} est une fonction vectorielle dépendant du champ \vec{E} et de la conductivité σ du conducteur :

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad (1.8)$$

La conductivité du milieu est une propriété du matériau définie comme étant l'inverse de la résistivité volumique ρ :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (1.9)$$

La résistivité du matériau et la géométrie du conducteur conditionnent la résistance R par laquelle le matériau s'oppose au courant électrique. Comme tout conducteur imparfait dispose d'une résistivité non nulle, un courant électrique entraîne des pertes de conduction qui se traduisent en une dissipation d'énergie en chaleur et conduisent à une élévation de température du conducteur. L'énergie par unité de volume dw nécessaire pour maintenir un courant électrique est définie comme étant le produit de la densité de courant \vec{j} et du champ \vec{E} :

$$dw = \vec{j}\vec{E}(t) dt \quad (1.10)$$

L'énergie dissipée est obtenue en introduisant l'équation (1.8) dans l'équation (1.10). Pour un champ stationnaire ($\vec{E}(t) = \vec{E}_{stat} = const$), le travail volumique w est obtenu en intégrant l'équation (1.10) par rapport au temps :

$$w(t) = \sigma E_{stat}^2 t \quad (1.11)$$

Un champ fort agissant sur un conducteur de faible conductivité peut ainsi générer la même quantité de chaleur qu'un faible champ agissant sur un conducteur de forte conductivité. Nous écrivons alors la puissance dissipée par unité de volume pour le cas simple d'un champ électrique stationnaire :

$$P_{EJ} = \sigma E_{stat}^2 \quad (1.12)$$

A partir de l'équation (1.12), on constate que, pour un isolateur parfait, c'est à dire pour un milieu dont la conductivité σ est zéro, l'énergie dissipée par pertes de conduction s'annule. L'effet Joule ne peut donc se produire qu'en présence de charges électriques libres.

Considérons maintenant un champ variant périodiquement dans le temps et défini par

$$\vec{E}(t) = \vec{E}_0 \cos(\omega t), \quad (1.13)$$

$\omega = 2\pi f$ étant la fréquence de rotation. L'intensité du champ E oscille donc entre les deux valeurs extrêmes E_0 et $-E_0$ (**Figure 1.13**). Afin de calculer l'énergie w_T dissipée en chaleur par période T , on intègre de nouveau l'équation (1.10) sur l'intervalle de $t = 0$ à $t = T = 2\pi/\omega$.

$$w_T = \int_{t=0}^{t=T} \sigma E_0^2 \cos^2(\omega t) dt = \frac{\pi}{\omega} \sigma E_0^2 \quad (1.14)$$

En divisant l'expression (1.14) par la période T , on trouve finalement la puissance dissipée en chaleur par unité de volume dans un conducteur exposé à un champ électrique variant sous forme sinusoïdale :

$$P_{EJ} = \frac{w_T}{T} = \frac{1}{2} \sigma E_0^2 \quad (1.15)$$

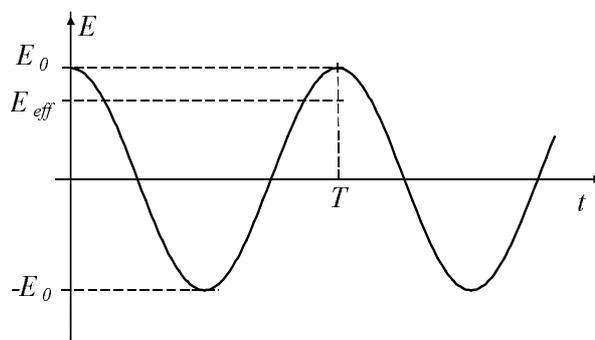


Figure 1.13 : Valeur efficace E_{eff} du champ E .

A partir de l'équation (1.15), on constate que la conversion d'énergie est une fonction de la norme de \vec{E} . Elle est donc indépendante de la direction du courant induit. En admettant la valeur efficace pour l'intensité du champ périodique $E_{eff} = E_0 / \sqrt{2}$ (**Figure 1.13**), on retrouve pour la puissance dissipée p l'expression donnée par l'équation (1.12) compte tenu de la caractéristique du champ stationnaire $E(t) = E_{stat} = E_{eff}$. Un champ stationnaire d'intensité E_{eff} entraînerait donc la même élévation de température du conducteur que le champ sinusoïdal d'amplitude E_0 .

L'effet Joule est notamment utilisé dans diverses techniques de soudage ainsi que dans les fours de fusion en fonderie. Dans le dernier cas, l'objet à chauffer est exposé à un champ magnétique variant périodiquement dans le temps et capable d'induire des forts courants électriques au sein du matériau. Suite à la résistivité électrique du matériau, ces courants créent des sources internes de chaleur entraînant une augmentation de la température allant au-delà du point de fusion du métal. [Cou95]

Chauffage des isolants par l'effet d'hystérésis diélectrique (diélectriques à pertes)

Pour les milieux isolants, un effet comparable à l'effet Joule est l'effet d'hystérésis diélectrique. Comme un matériau isolant ne dispose pas de charges électriques libres, il ne peut pas répondre à un champ électrique par un courant électrique. Néanmoins, à très petite échelle, un champ électrique appliqué à un milieu diélectrique entraîne un déplacement de charges au sein des molécules mêmes : on parle alors de la *polarisation diélectrique* de la matière ce qui représente un phénomène temporaire et réversible. L'ampleur de la polarisation dépend de l'intensité du champ E et de la permittivité $\tilde{\epsilon}$ du milieu. L'induction électrique D est définie par

$$\vec{D} = \tilde{\epsilon} \vec{E}. \quad (1.16)$$

En général, la permittivité complexe $\tilde{\epsilon}$ est une grandeur composée de la permittivité ϵ' et de la caractéristique diélectrique de pertes ϵ'' . Ces caractéristiques conditionnent l'intensité du champ électrique et l'ampleur des pertes diélectriques.

$$\tilde{\epsilon} = \epsilon' - j\epsilon'' \quad \text{avec} \quad \epsilon' = \epsilon \cos \varphi \quad \text{et} \quad \epsilon'' = \epsilon \sin \varphi \quad (1.17)$$

Lorsque le champ électrique s'annule, la polarisation du diélectrique est neutralisée par une relaxation des charges. Pour un milieu diélectrique sans pertes ($\epsilon'' = 0$), la relaxation intervient immédiatement, sans retard par rapport au champ. Or, pour tout milieu isolant réel ($\epsilon'' > 0$), la relaxation est liée à des pertes diélectriques. Elle suit alors le champ avec un retard caractéristique non nul. De même, une nouvelle polarisation est soumise à un effet de retard dû au même temps de « relaxation ». En fonction de la propriété ϵ'' , le retard de la réponse du matériau (polarisation/relaxation) par rapport à la contrainte (champ électrique) est plus ou moins important. La **Figure 1.14** montre l'effet des pertes pour un condensateur rempli de diélectrique. Pour un champ électrique variant périodiquement à haute fréquence, les pertes diélectriques entraînent un déphasage φ entre la polarisation $\vec{P}(t)$ et le champ excitateur $\vec{E}(t)$. Le même phénomène crée également un retard de l'induction électrique $\vec{D}(t)$ par rapport à $\vec{E}(t)$. Les deux déphasages ne sont pourtant pas identiques.

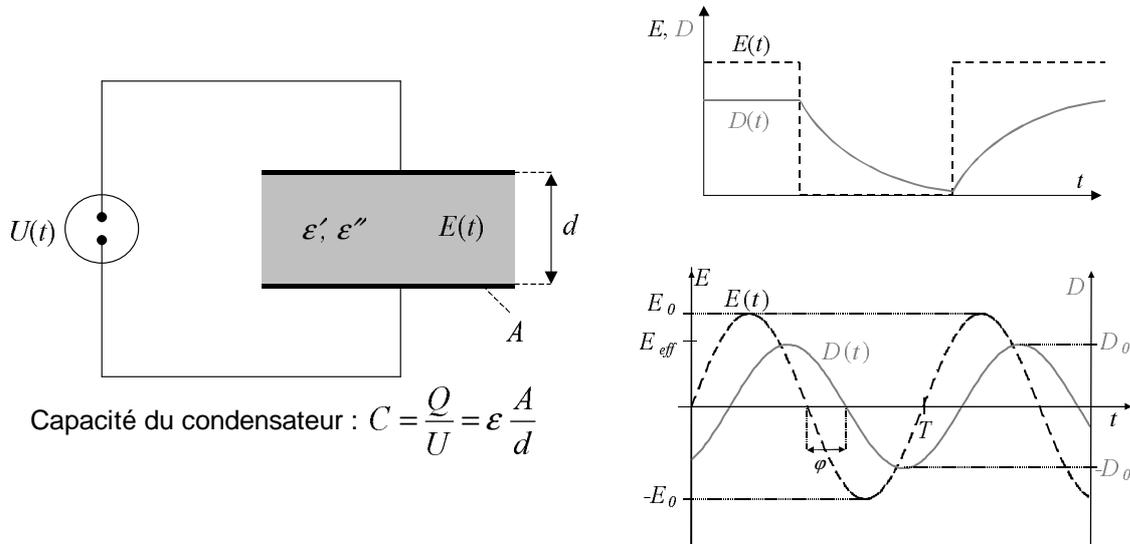


Figure 1.14 : Pertes diélectriques – temps de relaxation et déphasage.

Comme tout déplacement de charges, la polarisation d'un milieu diélectrique nécessite un apport d'énergie. Si la caractéristique de pertes du milieu est zéro ($\varepsilon'' = 0$), l'énergie de polarisation est entièrement restituée lors de la relaxation. Par contre, si $\varepsilon'' > 0$, l'énergie de polarisation n'est restituée qu'en partie : la partie non restituée est dissipée en chaleur. Le travail dw de polarisation par unité de volume est défini comme étant le produit scalaire des fonctions vectorielles du champ électrique et de l'induction électrique.

$$dw = \vec{E}(t) d\vec{D} \quad (1.18)$$

Nous considérons de nouveau un champ périodique sinusoïdal $\vec{E}(t)$ d'amplitude \vec{E}_0 :

$$\vec{E}(t) = \vec{E}_0 \sin(\omega t) \quad (1.19)$$

L'induction électrique $\vec{D}(t)$ du milieu isolant à pertes suit le champ électrique avec le déphasage φ .

$$\vec{D}(t) = \vec{D}_0 \sin(\omega t - \varphi) \quad (1.20)$$

Dans l'équation (1.18), on introduit les équations (1.19) et (1.20) ainsi que la relation (1.16) pour une permittivité complexe $\tilde{\varepsilon}$ supposée constante afin d'obtenir pour le travail de polarisation :

$$dw = \omega \tilde{\varepsilon} E_0^2 \sin(\omega t) \cos(\omega t - \varphi) dt \quad (1.21)$$

A condition que la fréquence ω soit supérieure à zéro, on détermine ensuite le travail volumique de polarisation w_T pour une période T en intégrant l'équation (1.21) sur l'intervalle de $t=0$ à $t=T=2\pi/\omega$. En faisant appel aux équations (1.17), nous introduisons le coefficient de pertes diélectriques ε'' .

$$w_T = \pi E_0^2 \varepsilon \sin \varphi = \pi \varepsilon'' E_0^2 \quad (1.22)$$

Afin d'obtenir la puissance dissipée par unité de volume moyennant l'effet d'hystérésis diélectrique, on divise le travail w_T par la période T :

$$P_{HD} = \frac{w_T}{T} = \frac{1}{2} \omega \varepsilon'' E_0^2 \quad (1.23)$$

Comme au paragraphe précédent décrivant le chauffage par effet Joule, nous exprimons la puissance dissipée en fonction de la valeur efficace du champ périodique $E_{eff} = E_0/\sqrt{2}$ (**Figure 1.14**) :

$$p_{HD} = \omega \varepsilon'' E_{eff}^2 \quad (1.24)$$

Dans le développement des équations (1.18) à (1.24), l'importance de la caractéristique de pertes diélectriques ε'' du milieu devient évidente : lors qu'il s'agit d'un diélectrique sans pertes ($\varepsilon'' = 0$), il n'y a pas de déphasage entre E et D ($\varphi = 0$) et l'intégration de l'équation (1.21) sur l'intervalle T donne un travail nul ($w_T = 0$). Dans ce cas, il n'y a donc pas de conversion d'énergie en chaleur.

Remarquons aussi que l'effet d'hystérésis diélectrique ne se produit que lorsque le champ électrique est variable ($\omega > 0$). Pour $\omega \rightarrow 0$, la puissance dissipée s'annule. Contrairement à l'effet Joule qui se produit également lorsque le champ est stationnaire, l'effet d'hystérésis diélectrique nécessite donc un champ électrique variable.

L'effet d'hystérésis diélectrique est la base du chauffage d'objets isolants par microondes. La propagation des microondes au travers d'un milieu diélectrique génère des champs électrique et magnétique variant périodiquement à des fréquences de l'ordre du GHz. L'effet des microondes sur un milieu diélectrique consiste donc en une polarisation périodique de la matière. S'il s'agit d'un diélectrique à pertes, ceci entraîne la création des sources de chaleur à l'intérieur de l'objet et une absorption (partielle ou totale) de l'énergie transportée par les ondes.

Coexistence des deux effets pour le cas général d'un milieu à pertes

En général, un milieu peut disposer à la fois de pertes diélectriques et de pertes de conduction. A titre d'exemple, nous considérons ici l'eau naturelle. Tandis que l'eau distillée peut être considérée comme électriquement isolante ($\varepsilon' \approx 80\varepsilon_0$ [Gar84]), les ions minéraux contenus dans l'eau naturelle la rendent assez bonne conductrice ($\sigma \approx 10^6 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ [Gar84]). Un champ électrique variant périodiquement à haute fréquence devrait donc engendrer un chauffage par deux effets en même temps : l'effet d'hystérésis diélectrique et l'effet Joule.

La puissance dissipée par unité de volume p_{diss} est alors calculée par la somme des puissances dues aux deux effets :

$$p_{diss} = p_{EJ} + p_{HD} = \sum \dot{q}_{int} \quad (1.25)$$

Eu égard au bilan énergétique du système, p_{diss} représente en même temps la somme des flux de chaleur \dot{q}_{int} dus aux sources internes générées par l'effet Joule et l'effet d'hystérésis diélectrique.

Pour un champ électrique défini par $\vec{E}(t) = \vec{E}_0 \sin(\omega t)$, la puissance dissipée par unité de volume s'écrit alors

$$p_{diss} = \omega \left(\varepsilon'' + \frac{\sigma}{\omega} \right) E_{eff}^2 = \omega \varepsilon_e'' E_{eff}^2, \quad E_{eff} = E_0 / \sqrt{2}, \quad (1.26)$$

où ε_e'' désigne la caractéristique de pertes équivalente tenant compte des deux effets.

Les deux effets peuvent donc coexister, notamment dans le cas des matériaux hétérogènes contenant deux ou plusieurs composants dont les propriétés électriques et diélectriques sont différentes. Comme nous avons vu au paragraphe 1.2, le stratifié tissé carbone/époxy de cette étude est composé d'une matrice diélectrique et d'un renfort conducteur. Dans ce cas, on s'attend à un chauffage de la matrice par l'effet d'hystérésis diélectrique et un chauffage des fibres par effet Joule. On obtient la puissance totale dissipée dans le volume du composite par une sommation des apports de chaleur dus aux deux effets et à l'exothermie de réticulation de la matrice.

1.4 Le dispositif expérimental utilisé pour élaborer le stratifié

1.4.1 Le choix du dispositif

Nous rappelons que l'objectif de la présente étude est de déterminer l'influence des paramètres du procédé d'élaboration sur les propriétés d'un stratifié carbone/époxy. Le procédé d'élaboration « classique » du matériau étudié, le moulage au sac à vide en autoclave, a été décrit au paragraphe 1.2 de ce chapitre. La température atteinte, la pression appliquée et l'intensité du vide ont alors été identifiées comme étant les paramètres essentiels du procédé. La présente étude portera avant tout sur le paramètre de température. En réalisant un chauffage par sources internes, nous cherchons à améliorer la distribution spatiale et l'évolution temporelle de la température au sein de la pièce élaborée. Pour le matériau étudié, la température est le paramètre pilotant la réticulation de la matrice époxy. Comme il s'agit d'un chauffage par sources internes d'un matériau diélectrique, le chauffage par hystérésis diélectrique, plus couramment appelé chauffage par microondes, paraît adapté au problème posé.

Le présent paragraphe porte sur la mise au point du procédé d'élaboration développé dans le cadre de cette étude. Une prémisses essentielle de ce travail était de conserver au maximum les paramètres du procédé classique afin de mettre en évidence l'influence du mode de chauffage. Dans un premier temps, nous avons donc cherché à appliquer les consignes du procédé classique en termes de température, de pression et de vide également dans le procédé microondes.

Un projet industriel mené dans le cadre du même travail consistait en une tentative à réaliser un chauffage par hystérésis diélectrique dans un autoclave cylindrique de petite taille (diamètre \approx 500mm). L'étude portait sur la stérilisation thermique de produits issus du domaine alimentaire. Comme pour le stratifié carbone/époxy, il s'agissait de produits absorbant fortement les microondes. L'objectif était d'équilibrer et d'accélérer la montée en température afin de diminuer la durée du procédé et d'obtenir un produit de meilleure qualité gustative. Ce projet représentait une collaboration entre le Laboratoire et trois partenaires industriels : la société Microondes-Energie-Systèmes (MES) spécialisée dans l'application thermique des microondes, Barriquand Stériflow, un constructeur d'autoclaves de stérilisation, et le Centre Technique de la Conservation des Produits Agricoles (CTCPA). (Figure 1.15)

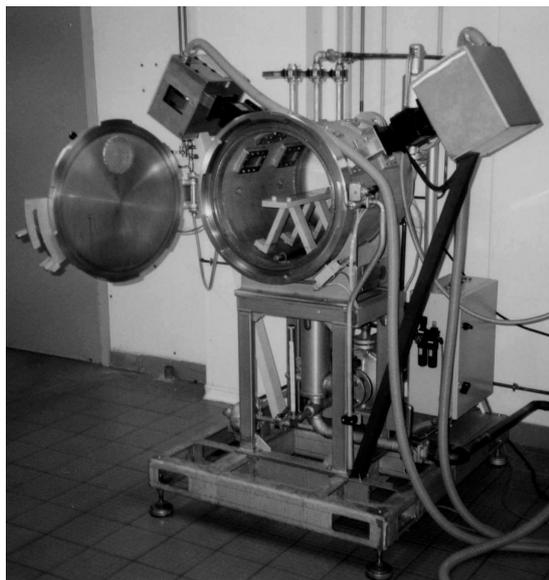


Figure 1.15 : Autoclave alimenté en microondes pour la stérilisation de produits alimentaires.

Par l'intermédiaire d'un minimum de modifications permettant l'introduction des microondes, un champ électrique de hautes fréquences (HF) a été créé au sein de l'autoclave. De géométrie cylindrique et fermé par ses deux extrémités, l'autoclave représentait une cavité résonnante par rapport aux ondes. Ce projet a montré la sensibilité de la technique non seulement aux propriétés des produits à chauffer, mais aussi à la totalité des paramètres dimensionnels rentrant en jeu. Ainsi, l'aménagement de l'intérieur de l'autoclave (tuyauteries, panier porte-produits, brides) joue autant sur le mode de propagation des ondes que la géométrie des objets chauffés. Toutes les interfaces rencontrées par les ondes représentent des discontinuités du milieu et imposent des conditions aux limites pour la propagation des ondes. Ceci nous a notamment appris la complexité du problème : une maîtrise parfaite de la distribution du champ électrique au sein de l'applicateur s'est avérée être indispensable.

Notre choix du matériel utilisé a donc été guidé à la fois par le besoin de maîtriser la montée en température de la pièce élaborée et par la volonté d'assurer la comparabilité des deux procédés en réduisant les différences à un minimum inévitable. Idéalement, la seule différence entre le procédé classique et le procédé développé ici consisterait en la distribution de la température au sein du stratifié élaboré.

En général, la géométrie cylindrique des autoclaves est bien adaptée aux applications à pression élevée. Lors d'un moulage au sac en autoclave, les objets élaborés n'occupent qu'une partie du volume, le reste étant rempli d'air ou d'un gaz inerte. Ceci permet d'élaborer une charge de plusieurs pièces en composite en une seule opération. Comme la géométrie de l'objet élaboré ne dépend que du moule utilisé, des objets de différentes géométries peuvent être fabriqués dans le même four et dans la même phase de travail. En tenant compte des consignes à respecter pour une éventuelle application industrielle du procédé développé, nous avons cherché à conserver ces avantages du procédé en autoclave pour le procédé microonde mis en œuvre. Nous avons notamment opté pour la technique de moulage au sac à vide et pour une enceinte de géométrie cylindrique, qui sera appelée « applicateur microonde » ou « applicateur » par la suite du présent chapitre. Comme les autoclaves de pression, l'applicateur microonde utilisé représente donc une structure métallique de géométrie cylindrique partiellement remplie d'un milieu diélectrique.

Eu égard au fait que la taille des objets à chauffer est de l'ordre de la longueur d'onde des microondes ($\lambda_0=122\text{mm}$ à $f=2,45\text{GHz}$), nous avons cherché à éviter la création de points chauds et froids dans l'applicateur et dans l'objet chauffé en favorisant un régime d'ondes progressives. Ce dernier est caractérisé par un déplacement permanent des maxima et minima du champ électrique en direction de la propagation principale des ondes. Contrairement à une cavité résonnante fermée par un court-circuit, un applicateur terminé par une charge absorbante empêche la réflexion des ondes à ses extrémités et permet donc l'instauration d'un régime d'ondes progressives.

A partir de l'analyse des propriétés diélectriques du stratifié carbone/époxy à élaborer (paragraphe 1.2), le stratifié est considéré comme un matériau absorbant fortement les microondes. Une forte absorption de l'énergie transportée par les ondes entraîne une forte atténuation des ondes au sein du composite et donc une profondeur de pénétration limitée (voir aussi paragraphe 1.5). Afin d'équilibrer l'élévation de la température dans le volume de l'objet, nous avons opté pour une configuration permettant de faire varier la direction principale de propagation des ondes.

1.4.2 Description du dispositif expérimental

L'applicateur microonde choisi pour l'élaboration du stratifié carbone/époxy est un cylindre creux en alliage d'aluminium avec une longueur L de 600mm et un diamètre d de 100mm. Il est assemblé de deux coquilles permettant des ouvertures circulaires aux deux extrémités du cylindre. L'applicateur est chargé en retirant la coquille supérieure. Lors de la fermeture, le contact électrique entre les deux coquilles est assuré par un film autocollant d'aluminium. (**Figure 1.16**)

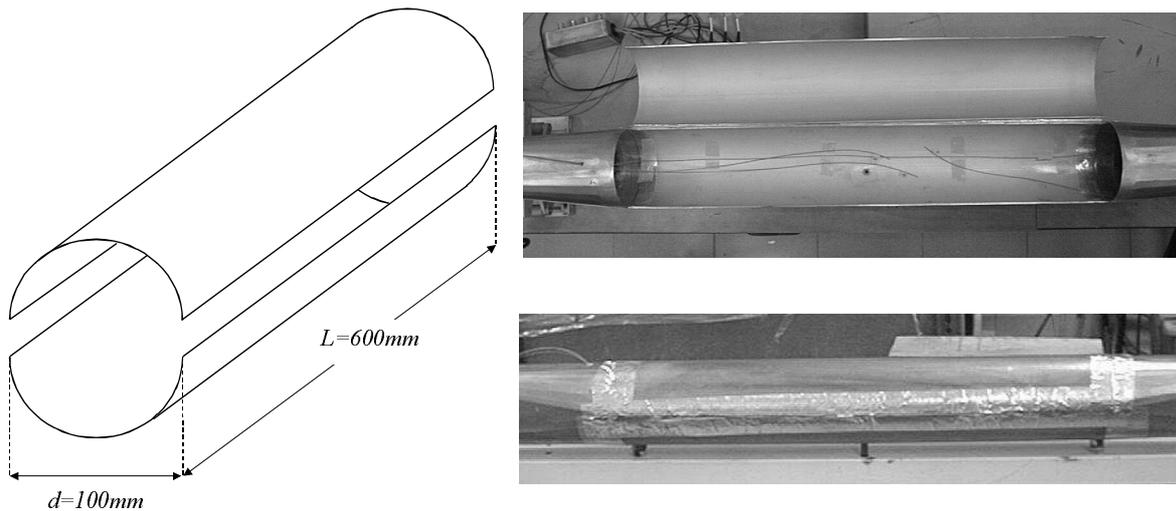


Figure 1.16 : Applicateur cylindrique utilisé pour l'élaboration du stratifié.

L'alimentation de l'applicateur s'effectue en direction axiale par les deux ouvertures circulaires du cylindre. Pour ce faire, deux générateurs de microondes (magnétrons) sont positionnés de part et d'autre de l'applicateur. Comme la double alimentation permet de compenser (en partie) l'atténuation des ondes, une telle configuration est particulièrement adaptée au chauffage d'objets très absorbants. Les générateurs émettent des microondes à la fréquence habituelle des applications industrielles à but thermique : 2,45GHz. Il s'agit de magnétrons standards avec une puissance maximale de 1kW. La **Figure 1.17** montre une représentation schématique du dispositif complet.

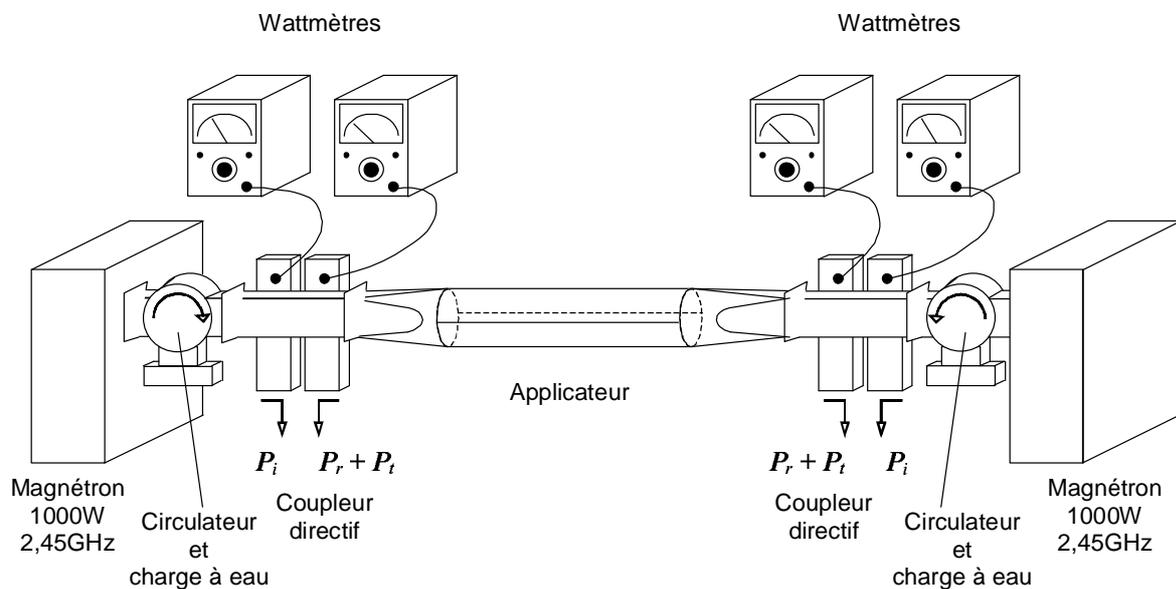


Figure 1.17 : Schéma du banc d'essais complet - applicateur cylindrique et guides d'ondes de section rectangulaire.

La transmission des ondes des générateurs à l'applicateur s'effectue par des guides d'onde standards avec une section rectangulaire de 43,2mm x 86,4mm (WR 340). Des pièces de transition en acier inoxydable transforment la section rectangulaire en circulaire pour relier les guides à l'applicateur. Chaque guide d'onde est équipé d'un coupleur directif ainsi que d'un circulateur. Les circulateurs placés entre les générateurs et les coupleurs directsifs protègent les magnétrons de la puissance microonde se propageant vers le générateur. Celle-ci est due à la

réflexion d'une partie des ondes à l'entrée de l'applicateur et à la transmission d'ondes provenant du générateur opposé. Les circulateurs laissent passer les ondes se propageant du magnétron vers l'applicateur, mais redirigent les ondes de retour vers des charges à eau où elles sont absorbées.

Deux wattmètres connectés à chacun des coupleurs directs permettent de déterminer les puissances transportées au sein du guide dans les sens aller et retour séparément. Il est ainsi possible de mesurer les puissances incidente P_i et réfléchie P_r de chaque côté de l'applicateur. De plus, quand un seul des générateurs fonctionne, la puissance « réfléchie » mesurée en aval de l'applicateur (du côté non-alimenté) correspond à la puissance transmise P_t par l'applicateur. Dans ce cas, il est possible d'estimer la puissance absorbée P_{abs} par le milieu ou l'objet au sein de l'applicateur selon l'expression

$$P_{abs} = P_i - P_r - P_t. \tag{1.27}$$

Si la puissance réfléchie par l'applicateur est négligeable, la détermination de P_{abs} est possible même lorsque les deux générateurs fonctionnent simultanément :

$$P_{abs} \approx P_i - P_t \quad \text{pour } P_r \approx 0 \tag{1.28}$$

Grâce à la double alimentation de l'applicateur, le sens de propagation des ondes en direction axiale est variable. Ainsi, le chauffage d'un objet absorbant se trouvant à l'intérieur de l'applicateur s'effectue des deux côtés. Dans l'intérêt de maîtriser la distribution du champ électrique au sein de l'applicateur, il n'est pourtant pas souhaitable d'atteindre une superposition des deux trains d'ondes. Ce phénomène risque d'entraîner des amplifications ou neutralisations locales des ondes et d'entraîner des points chauds et froids dans la pièce élaborée. Les générateurs ne fonctionnent donc pas simultanément : grâce à un système de réglage électronique, ils émettent en alternance à une fréquence de 50 Hz. Chaque générateur fonctionne donc à 50 reprises par seconde pendant 1/100 s et ceci indépendamment du fait que l'autre générateur soit en marche ou au repos. Ceci entraîne une alternance périodique du sens de propagation des ondes sans pourtant entraîner la superposition des deux trains d'ondes. Comme les wattmètres disposent d'une certaine inertie de mesure, la puissance mesurée représente une valeur moyennée dans le temps. La puissance du générateur peut être fixée de 0 à 1000W. Le réglage en puissance des deux générateurs se fait séparément. **(Figure 1.18)**

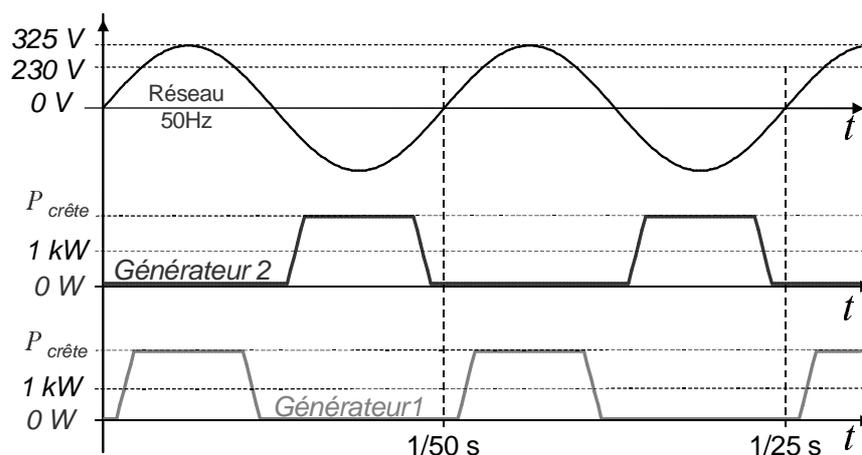


Figure 1.18 : Fonctionnement en alternance des deux générateurs de microondes.

Le critère essentiel pour la qualité du procédé de chauffage mis en oeuvre est l'évolution de la température des objets à chauffer. Afin d'obtenir une mesure en continu de la température au cours du chauffage, il faut utiliser des sondes insensibles aux champs HF créés par les

microondes au sein de l'applicateur. Etant donné qu'ils sont faits d'alliages métalliques, les thermocouples ne peuvent pas être utilisés au sein d'un applicateur microonde. Exposés aux champs périodiques des ondes, ils subissent des forts courants d'induction électrique. Ceci crée des perturbations des champs et conduit à une élévation forte de la température du thermocouple par effet Joule. Le phénomène entraîne d'abord des mesures erronées et mène à terme à la destruction du thermocouple. Nous avons donc utilisé un thermomètre fluoro-optique équipé de 4 sondes à fibres optiques. Les fibres optiques sont très peu sensibles aux champs électrique et magnétique et permettent ainsi une mesure fiable de la température de l'objet au cours du chauffage par microondes.

Afin de réaliser un moulage au sac à vide, une petite ouverture (un trou de 10mm en diamètre) à été prévue dans la coquille inférieure de l'applicateur. Celle-ci nous a permis de passer un tube souple à l'intérieur de l'applicateur pour connecter le sac à vide à un système d'extraction d'air. A la place d'une pompe à vide, nous avons utilisé une trompe à eau. La pression au sein du sac est déterminée grâce à un manomètre à mercure.

L'acquisition des données de température et de puissance est assurée par un ordinateur muni d'une carte de conversion analogique/numérique disposant de 8 entrées de signal. Ainsi, les signaux des 4 wattmètres (puissances incidente et réfléchie de chaque côté de l'applicateur) et des quatre sondes de température peuvent être enregistrés à une fréquence d'acquisition d'un point de mesure par seconde. (Figure 1.19)

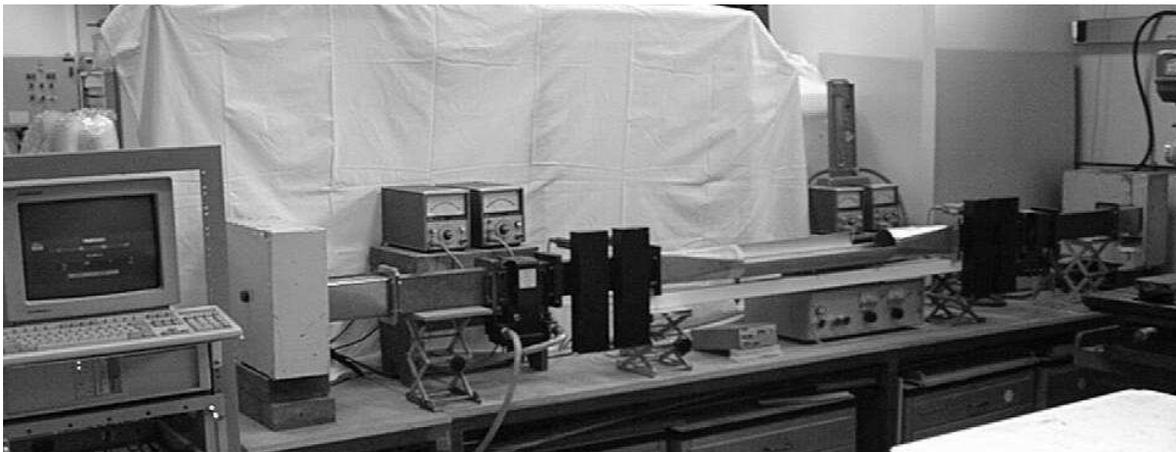


Figure 1.19 : Photo du banc d'essais complet avec les instruments de mesure et l'ordinateur d'acquisition.

A cause de l'anisotropie des propriétés diélectriques du stratifié et de la conductivité du renfort, la réponse du matériau au champ électrique HF créé par les microondes est fortement dépendante de son orientation. La conductivité des fibres de carbone fait que l'effet de chauffage prédominant peut varier selon l'orientation du matériau par rapport au champ (effet d'hystérésis diélectrique dans la matrice, effet Joule dans le renfort). Il est donc indispensable de connaître la distribution et l'orientation du champ électrique au sein de l'applicateur. Le champ électrique créé par la propagation de microondes dépend du mode de propagation. Un applicateur est appelé *monomode* si, à vide, il ne permet la propagation des ondes que selon un seul mode de propagation : dans ce cas, il s'agit du mode fondamental admissible dans les conditions de propagation données (la géométrie de l'applicateur et la fréquence).

Plusieurs approches théoriques et expérimentales donnent accès à la détermination des modes de propagation des microondes au sein d'une structure donnée. Les approches utilisées dans le cadre du présent travail seront décrites aux deux paragraphes suivants.

1.5 Distribution du champ électrique – approche théorique

Lors de la propagation d'ondes électromagnétiques au sein d'un guide ou d'un applicateur, la distribution du champ électrique créé varie selon le mode de propagation. Elle est donc dépendante des dimensions de l'applicateur et de la fréquence d'excitation des ondes. Le mode de propagation conditionne notamment la distribution des maxima et minima du champ électrique et donc des points chauds (et froids) dans l'applicateur. Les équations différentielles décrivant la propagation des ondes électromagnétiques sont dérivées des équations de Maxwell. Par la suite du présent paragraphe, elles seront développées pour le cas d'une structure cylindrique à paroi métallique. En résolvant le système d'équations différentielles obtenu, on trouve les équations de propagation définissant les composants des champs électrique \vec{E} et magnétique \vec{H} . Ce résultat nous donnera notamment une description théorique de la distribution du champ électrique au sein de l'applicateur microonde utilisé pour le cas simple d'un remplissage homogène.

1.5.1 Rappel sur les équations de Maxwell

Dans un premier temps, nous considérons le cas général d'un milieu présentant à la fois des pertes diélectriques ($\tilde{\epsilon} = \epsilon' - j\epsilon''$; $\epsilon'' > 0$) et des pertes de conduction ($\sigma > 0$). Les équations de Maxwell s'écrivent alors : [Com97]

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (1.29)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{J} \quad (1.30)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho_e \quad (1.31)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0 \quad (1.32)$$

Les fonctions vectorielles \vec{D} et \vec{B} désignent respectivement l'induction électrique et l'induction magnétique. Le scalaire ρ_e est la densité des charges électriques libres. \vec{J} est la densité des courants électriques définie par la loi d'Ohm en fonction du champ électrique et de la conductivité σ du milieu : $\vec{J} = \sigma \vec{E}$. Le symbole $\vec{\nabla}$ représente l'opérateur de Nabla. Pour un champ vectoriel \vec{V} donné, l'opération $\vec{\nabla} \times \vec{V}$ est équivalent au rotationnel ($rot \vec{V}$) et l'opération $\vec{\nabla} \cdot \vec{V}$ correspond à la divergence ($div \vec{V}$) du même vecteur. Pour un scalaire U , le produit $\vec{\nabla} \cdot U$ désigne le gradient $grad U$. Le milieu considéré ici dispose de charges électriques libres ($\rho_e > 0$) qui sont à l'origine de sa conductivité électrique. Le champ électrique périodique dû à la propagation des ondes entraînera donc des courants électriques cumulés dans la fonction vectorielle \vec{J} . Enfin, l'introduction de la perméabilité magnétique (généralement complexe) $\tilde{\mu}$ et de la permittivité électrique complexe $\tilde{\epsilon}$ permet d'effectuer les substitutions $\vec{B} = \tilde{\mu} \vec{H}$ et $\vec{D} = \tilde{\epsilon} \vec{E}$. Pour un milieu anisotrope, $\tilde{\epsilon}$, $\tilde{\mu}$ et σ sont exprimées sous forme matricielle. Ici, nous considérons le cas simplifié d'un milieu homogène et isotrope avec des propriétés (apparentes) $\tilde{\epsilon}$, $\tilde{\mu}$ et σ invariables dans le temps et dans le volume. A moins qu'il s'agisse d'un milieu ferromagnétique ou d'un milieu ionisé (plasma), la perméabilité magnétique peut être considérée comme réelle et égale à celle du vide $\tilde{\mu} = \mu = \mu_0$. Nous pouvons donc réécrire les équations de Maxwell :

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (1.33)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \tilde{\varepsilon} \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \sigma \vec{E} \quad (1.34)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = \frac{\rho_e}{\tilde{\varepsilon}} \quad (1.35)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{H} = 0 \quad (1.36)$$

Les équations (1.33) à (1.36) représentent un système linéaire d'équations différentielles dont la solution fournit les fonctions vectorielles décrivant la distribution spatiale et l'évolution temporelle des champs \vec{E} et \vec{H} . Afin de résoudre ce système, le degré des équations sera augmenté en appliquant une nouvelle fois l'opérateur de Nabla.

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{E}) = -\mu \frac{\partial}{\partial t} (\vec{\nabla} \times \vec{H}) \quad (1.37)$$

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{H}) = \tilde{\varepsilon} \frac{\partial}{\partial t} (\vec{\nabla} \times \vec{E}) + \sigma (\vec{\nabla} \times \vec{E}) \quad (1.38)$$

$$\vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{E}) = \vec{\nabla} \cdot \frac{\rho_e}{\tilde{\varepsilon}} \quad (1.39)$$

$$\vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{H}) = \vec{\nabla} \cdot \vec{0} \quad (1.40)$$

Nous appliquons de nouveau l'hypothèse d'un milieu isotrope en termes de permittivité et de densité de charges pour que la partie droite de l'équation (1.39) s'annule. Ensuite, on introduit l'équation (1.34) dans (1.37) et l'équation (1.33) dans (1.38) afin d'obtenir des équations différentielles qui ne dépendent que d'une seule des fonctions vectorielles \vec{E} et \vec{H} .

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{E}) = -\mu \tilde{\varepsilon} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} - \mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (1.41)$$

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{H}) = -\mu \tilde{\varepsilon} \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} - \mu \sigma \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (1.42)$$

$$\vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{E}) = \vec{\nabla} \cdot \vec{0} \quad (1.43)$$

$$\vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{H}) = \vec{\nabla} \cdot \vec{0} \quad (1.44)$$

Ensuite, on soustrait l'équation (1.41) de (1.43) et l'équation (1.42) de (1.44) en appliquant la règle de calcul en analyse vectorielle :

$$\vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{V}) - \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{V}) = (\nabla \cdot \nabla) \cdot \vec{V} = \Delta \vec{V} \quad (1.45)$$

ou bien : $\text{grad}(\text{div} \vec{V}) - \text{rot}(\text{rot} \vec{V}) = \text{grad} \text{div} \vec{V} - \text{rot} \text{rot} \vec{V} = \Delta \vec{V}$.

Ici, Δ est l'opérateur de Laplace. Nous obtenons ainsi deux équations différentielles définissant les expressions du champ électrique et du champ magnétique respectivement. Les équations (1.46) et (1.47) les expriment dans le régime temporel :

$$\Delta \vec{E} - \mu \tilde{\varepsilon} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} - \mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} = \vec{0} \quad (1.46)$$

$$\Delta \vec{H} - \mu \tilde{\varepsilon} \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} - \mu \sigma \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} = \vec{0} \quad (1.47)$$

Comme il s'agit d'un phénomène périodique dans le temps, on introduit des fonctions harmoniques afin de tenir compte de la dépendance des vecteurs \vec{E} et \vec{H} du temps t : $\vec{E}(x, y, z, t) = \vec{E}(x, y, z) e^{j\omega t}$

et $\vec{H}(x, y, z, t) = \vec{H}(x, y, z)e^{j\omega t}$, ω étant la pulsation $\omega = 2\pi f$. Dans le régime harmonique, les équations (1.46) et (1.47) s'écrivent alors :

$$\Delta \vec{E} + \omega \mu (\omega \tilde{\epsilon} - j\sigma) \vec{E} = \vec{0} \quad (1.48)$$

$$\Delta \vec{H} + \omega \mu (\omega \tilde{\epsilon} - j\sigma) \vec{H} = \vec{0} \quad (1.49)$$

La permittivité complexe $\tilde{\epsilon}$ se décline en sa partie réelle, la permittivité ϵ' , et sa partie imaginaire, la caractéristique de pertes ϵ'' , selon $\tilde{\epsilon} = \epsilon' - j\epsilon''$. La constante complexe $\omega \mu (\omega \tilde{\epsilon} - j\sigma)$ est souvent exprimée en fonction de la permittivité équivalente $\tilde{\epsilon}_e$ définie par : [Com97]

$$\tilde{\epsilon}_e = \epsilon' - j \left(\epsilon'' + \frac{\sigma}{\omega} \right) \quad (1.50)$$

Les équations (1.48) et (1.49) se simplifient alors à

$$\Delta \vec{E} + \omega^2 \mu \tilde{\epsilon}_e \vec{E} = \vec{0} \quad (1.51)$$

$$\Delta \vec{H} + \omega^2 \mu \tilde{\epsilon}_e \vec{H} = \vec{0} \quad (1.52)$$

A une fréquence f et une température T données, le facteur $\omega^2 \mu \tilde{\epsilon}_e$ est une constante. Il s'agit du carré de la constante de propagation libre \tilde{k} définie pour le cas général d'un milieu à pertes de conduction et pertes diélectriques comme

$$\tilde{k} = \omega \sqrt{\mu \tilde{\epsilon}_e} . \quad (1.53)$$

Elle décrit la propagation des ondes de fréquence f dans un milieu infini caractérisé par la permittivité $\tilde{\epsilon}$, la perméabilité μ_0 et la conductivité σ . Nous retrouvons aisément la constante de propagation libre dans le vide en introduisant $\mu = \mu_0$ et $\tilde{\epsilon}_e = \epsilon_0$. [Cal99, Loh04]

$$k_0 = \omega \sqrt{\mu_0 \epsilon_0} \quad (1.54)$$

Les fonctions vectorielles \vec{E} et \vec{H} représentent des solutions des équations différentielles (1.51) et (1.52). Elles décrivent les champs électrique et magnétique créés par la propagation des ondes. \vec{E} et \vec{H} sont donc dépendantes des conditions aux limites imposées : propagation en espace libre ou dans un guide d'ondes. Compte tenu de l'applicateur utilisé, nous considérons par la suite la propagation au sein d'une structure (guide ou applicateur) cylindrique à paroi métallique.

1.5.2 Solutions des équations de Maxwell pour un système de coordonnées cylindriques

Comme l'applicateur cylindrique considéré ici présente la symétrie de révolution, il est judicieux de poursuivre le développement des équations de propagation en utilisant des coordonnées cylindriques (ρ, θ, z) . Les équations de propagation décrivant les composantes des champs E et H seront donc exprimées dans le repère montré par la **Figure 1.20**.

Dans un système de coordonnées cylindriques, l'opérateur de Laplace se décline de manière suivante :

$$\Delta = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \quad (1.55)$$

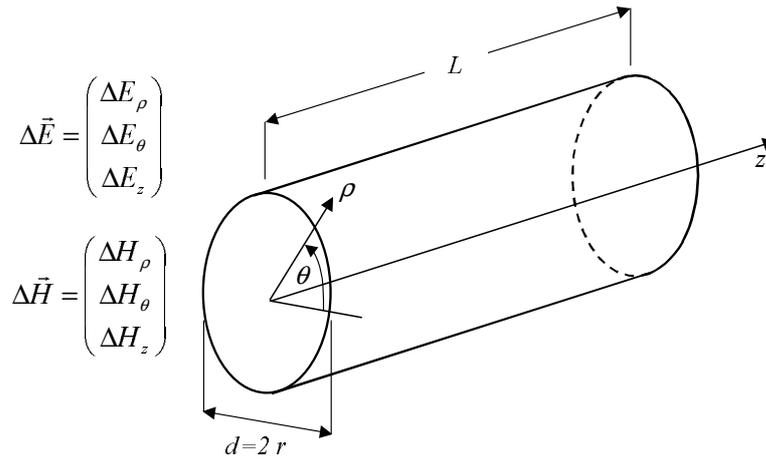


Figure 1.20 : Définition du système de coordonnées cylindriques (ρ, θ, z) utilisé.

L'approche utilisée pour résoudre les équations (1.51) et (1.52) suit la méthode de séparation des variables : on suppose que les expressions mathématiques des composantes E_ρ , E_θ et E_z ainsi que de H_ρ , H_θ et H_z soient toutes composées d'un produit de trois termes dont chacun ne dépend que d'une seule des trois variables [Cal99, Loh04]. On introduit donc l'équation d'onde générale $\Psi(\rho, \theta, z)$ définie par :

$$\Psi(\rho, \theta, z) = R(\rho) \Theta(\theta) Z(z) \quad (1.56)$$

L'équation différentielle à résoudre prend alors la forme $\Delta\Psi + \tilde{k}^2\Psi = 0$, ce qui se traduit en coordonnées cylindriques suivant l'expression (1.55).

$$\frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial \Psi}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial z^2} + \tilde{k}^2 \Psi = 0 \quad (1.57)$$

Les dérivées partielles de la fonction Ψ par rapport aux trois variables sont introduites dans l'équation (1.57). Après division par la même fonction Ψ , on obtient :

$$\frac{1}{R} \frac{\partial^2 R}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho R} \frac{\partial R}{\partial \rho} + \frac{1}{\rho^2 \Theta} \frac{\partial^2 \Theta}{\partial \theta^2} + \frac{1}{Z} \frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} + \tilde{k}^2 = 0 \quad (1.58)$$

Nous supposons une variation des champs en direction de z selon la fonction $e^{-jk_g z}$, k_g étant la constante de propagation en guide. La dérivée partielle par rapport à z suit donc la relation $\partial/\partial z = -jk_g$. En raison de la symétrie de révolution imposée aux champs par la géométrie de l'applicateur, les champs doivent se reproduire sur eux-mêmes chaque fois que θ augmente d'un multiple de π ($n\pi$, n étant un nombre entier). La dépendance de θ des composantes des champs peut ainsi être décrite par une fonction $e^{-jn\theta}$. Il est donc $\partial/\partial \theta = -jn$. Ceci nous permet d'apporter les substitutions suivantes à l'équation (1.58). [Com96]

$$\frac{1}{\Theta} \frac{\partial^2 \Theta}{\partial \theta^2} = -n^2 \quad (1.59)$$

$$\frac{1}{Z} \frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} = -k_g^2 \quad (1.60)$$

En même temps, la relation entre la constante de propagation libre \tilde{k} définie par l'équation (1.54), la constante de propagation en guide \tilde{k}_g et la constante de coupure \tilde{k}_c est toujours valable:

$$\tilde{k}_c^2 + \tilde{k}_g^2 = \tilde{k}^2 = \omega^2 \mu \epsilon \quad (1.61)$$

Dans un premier temps, nous décrivons le cas simple d'un applicateur vide ou rempli par un milieu diélectrique sans pertes. Nous considérons les constantes k , k_c et k_g comme réelles. Grâce aux trois équations précédentes, l'équation différentielle à résoudre (1.58) prend la forme :

$$\frac{\partial^2 R}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial R}{\partial \rho} + \left(k_c^2 - \frac{n^2}{\rho^2} \right) R = 0 \quad (1.62)$$

Cette équation est de la forme $x^2 y'' + x y' + (x^2 - n^2) y = 0$ pour une fonction $y(x)$ et une constante n . Elle représente donc une équation différentielle de Bessel de 1^{er} ordre [Bro91]. Les solutions de cette équation sont composées des fonctions de Bessel de première espèce $J_n(x)$ et de seconde espèce $Y_n(x)$, ainsi que des fonctions de Hankel de première espèce $H_n^{(1)}(x)$ et de seconde espèce $H_n^{(2)}(x)$. Quand n est un nombre entier, la solution générale de l'équation (1.62) s'écrit :

$$R(\rho) = A_1 J_n(k_c \rho) + A_2 Y_n(k_c \rho) \quad n \in \mathbb{N} ; A_1, A_2 \text{ étant des constantes d'intégration} \quad (1.63)$$

En admettant $\Theta(\theta) = B e^{-jn\theta}$ et $Z(z) = C e^{-jk_g z}$ comme solutions des équations (1.59) et (1.60), nous trouvons ensuite l'équation d'onde $\Psi(\rho, \theta, z)$ comme solution générale de l'équation différentielle (1.57) :

$$\Psi(\rho, \theta, z) = [A_1 J_n(k_c \rho) + A_2 Y_n(k_c \rho)] B e^{-jn\theta} C e^{-jk_g z}. \quad (1.64)$$

Les solutions doivent respecter les propriétés de symétrie et plusieurs conditions aux limites imposées par la matière et la géométrie de l'applicateur :

1. Une condition essentielle à la propagation d'une onde dans l'applicateur est que la fonction Ψ garde une valeur finie (en tout point et) sur l'axe du guide. Or, pour $\rho \rightarrow 0$, la fonction de Bessel de seconde espèce $Y_n(x)$ tend vers l'infini. La constante A_2 doit donc s'annuler pour tous les modes de propagation. [Com96]
2. Les équations de Maxwell imposent un déphasage de $\pi/2$ entre le champ électrique et le champ magnétique. Cela se traduit par une complémentarité entre les paires de composantes des champs électrique et magnétique (E_i, H_i) suivant la même direction. Pour la dépendance angulaire des champs, la combinaison initiale de fonctions trigonométriques doit donc se limiter à une seule des fonctions (sinus ou cosinus). Un sinus décrivant la dépendance angulaire de la fonction E_ρ imposera donc un cosinus pour la fonction H_ρ et vice versa. [Pin95]
3. La paroi métallique de l'applicateur représente une importante condition aux limites. Comme un champ électrique parallèle à la paroi serait immédiatement compensé par un courant électrique dans la paroi, les composantes tangentielles disparaissent pour $\rho \rightarrow r$: $E_\theta(\rho = r) = 0$ et $E_z(\rho = r) = 0$. Seule la composante normale à la paroi E_ρ peut donc exister et le vecteur \vec{E} est orienté perpendiculairement à la paroi métallique. Le cas contraire tient pour les composantes du champ magnétique : ici, la composante perpendiculaire H_ρ devient zéro pour $\rho \rightarrow r$ et seules les composantes H_θ et H_z existent. Par conséquent, le champ \vec{H} est toujours parallèle à la surface métallique. Pour $\rho = r$, $\partial H_\theta / \partial \rho = 0$ et $\partial H_z / \partial \rho = 0$. [Com96]
4. Dans un guide métallique, les deux composantes longitudinales E_z et H_z ne peuvent pas coexister. Si E_z existe, H_z doit s'annuler et vice versa. On distingue donc deux grands groupes de modes de propagation : les modes transverses électriques (TE) caractérisés par $E_z = 0$ et les modes transverses magnétiques (TM) caractérisés par $H_z = 0$. [Com96]

Grâce aux conditions aux limites énoncées, l'équation d'onde (1.64) prend la forme :

$$\Psi(\rho, \theta, z) = A J_n(k_c \rho) B \begin{cases} \sin(n\theta) \\ \text{ou} \\ \cos(n\theta) \end{cases} C e^{-jk_g z} \quad (1.65)$$

Les équations suivantes décrivent les composantes des champs valables pour les modes TE. Il s'agit d'une onde plane dont le champ \vec{E} est confiné à un plan perpendiculaire à l'axe du cylindre [Com96, Ber80].

$$\text{Modes TE : } E_\rho = jH_0 \frac{\omega \mu n}{k_c^2 \rho} J_n(k_c \rho) \sin(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.66)$$

$$E_\theta = jH_0 \frac{\omega \mu}{k_c} J'_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.67)$$

$$E_z = 0 \quad (1.68)$$

$$H_\rho = -jH_0 \frac{k_g}{k_c} J'_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.69)$$

$$H_\theta = jH_0 \frac{k_g n}{k_c^2 \rho} J_n(k_c \rho) \sin(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.70)$$

$$H_z = H_0 J_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.71)$$

La fonction J'_n est la dérivée première de J_n (la fonction de Bessel de première espèce d'ordre n). Elle peut également être définie en fonction des fonctions J par les relations suivantes : [Pin95]

$$J'_n(k_c \rho) = \frac{dJ_n(k_c \rho)}{d\rho} = k_c J_{n-1}(k_c \rho) - \frac{n}{k_c} J_n(k_c \rho) = -k_c J_{n+1}(k_c \rho) + \frac{n}{k_c} J_n(k_c \rho)$$

De façon analogique, une onde se propageant selon un mode TM est une onde plane dont le champ \vec{H} est confiné à un plan perpendiculaire à l'axe du cylindre. Les expressions des composantes des champs \vec{E} et \vec{H} sont données par les équations ci-après [Com96, Ber80].

$$\text{Modes TM : } E_\rho = -jE_0 \frac{k_g}{k_c} J'_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.72)$$

$$E_\theta = jE_0 \frac{k_g n}{k_c^2 \rho} J_n(k_c \rho) \sin(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.73)$$

$$E_z = E_0 J_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.74)$$

$$H_\rho = -jE_0 \frac{\omega \epsilon n}{k_c^2 \rho} J_n(k_c \rho) \sin(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.75)$$

$$H_\theta = -jE_0 \frac{\omega \epsilon}{k_c} J'_n(k_c \rho) \cos(n\theta) e^{-jk_g z} \quad (1.76)$$

$$H_z = 0 \quad (1.77)$$

Nous rappelons que, depuis les équations (1.48) et (1.49), la dépendance temporelle de la fonction d'onde, le terme $e^{j\omega t}$, est toujours sous-entendue. Chaque composante des champs électrique et magnétique comprend un terme de type Bessel décrivant la propagation en direction radiale (direction ρ), et deux termes périodiques sinusoïdaux décrivant la propagation de l'onde dans les

directions angulaire (θ) et longitudinale (z) respectivement. Les trois fonctions sont représentées schématiquement dans la **Figure 1.21** pour le cas d'un guide cylindrique rempli d'un milieu diélectrique sans pertes (pour le cas où les ondes ne subissent pas d'atténuation). La vitesse de propagation de l'onde est la même dans les différentes directions de l'espace.

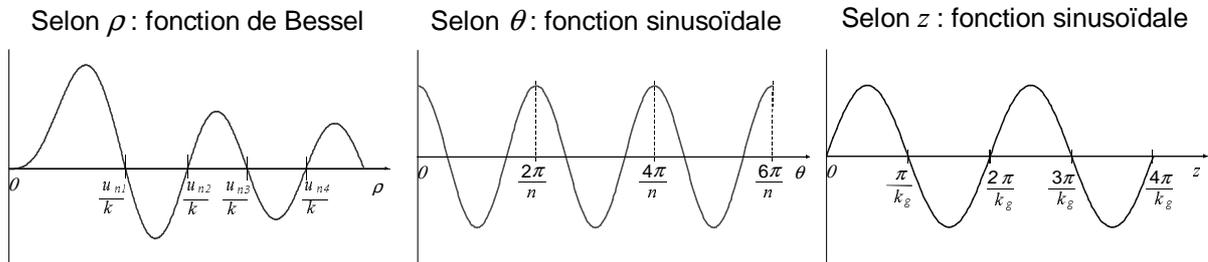


Figure 1.21 : Variation de l'intensité du champ E selon les directions (représentation schématique).

Les constantes impliquées dans les équations (1.66) à (1.77) sont soumises aux conditions aux limites imposées par la paroi métallique. Pour les modes TM, les conditions $E_\theta(\rho=r)=0$ et $E_z(\rho=r)=0$ imposent un zéro de la fonction de Bessel pour $\rho=r$, r étant le rayon de l'applicateur, soit $J_n(k_c r)=0$. Les fonctions J_n s'annulent pour une suite de valeurs u_{nm} appelées les racines de J_n : $J_n(u_{nm})=0$. Chacune de ces valeurs correspond donc à un mode de propagation TM_{nm} dont la constante de coupure s'écrit

$$k_c(TM_{nm}) = \frac{u_{nm}}{r} . \tag{1.78}$$

Modes TM	$n=0$	$n=1$	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=5$	$n=6$
	u_{0m}	u_{1m}	u_{2m}	u_{3m}	u_{4m}	u_{5m}	u_{6m}
$m=1$	2,405	3,832	5,135	6,379	7,588	8,771	9,9361
$m=2$	5,52	7,016	8,417	9,76	11,064	12,339	13,589
$m=3$	8,654	10,173	11,62	13,015	14,373	15,7	17,004
$m=4$	11,792	13,323	14,796	16,224	17,616	18,98	20,321
$m=5$	14,931	16,47	17,96	19,41	20,827	22,218	23,586
$m=6$	18,071	19,616	21,117	22,583	24,018	25,43	26,82

Tableau 1.4 : Les racines u_{nm} des six premières fonctions J_n (Bessel d'ordre n). [Bro91]

Dans le cas des modes TE, c'est la dérivée première de la fonction de Bessel J'_n qui doit s'annuler pour satisfaire les conditions $\partial H_\theta / \partial \rho|_{\rho=r} = 0$ et $\partial H_z / \partial \rho|_{\rho=r} = 0$. Les valeurs u'_{nm} sont les racines des dérivées premières des fonctions de Bessel J'_n , tel que $J'_n(u'_{nm})=0$. En même temps, la composante angulaire du champ électrique (E_θ) s'annule en proximité de la paroi métallique ; la condition $E_\theta(\rho=r)=0$ est donc également respectée. Chacune des valeurs u'_{nm} correspond ainsi à un mode de propagation TE_{nm} caractérisé par la fréquence de coupure

$$k_c(TE_{nm}) = \frac{u'_{nm}}{r} . \tag{1.79}$$

Modes TE	$n=0$	$n=1$	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=5$	$n=6$
	u'_{0m}	u'_{1m}	u'_{2m}	u'_{3m}	u'_{4m}	u'_{5m}	u'_{6m}
$m=1$	3,832	1,842	3,054	4,201	5,317	6,416	7,501
$m=2$	7,016	5,331	6,706	8,015	9,282	10,52	11,735
$m=3$	10,173	8,536	9,969	11,346	12,682	13,987	15,268
$m=4$	13,323	11,706	13,17	14,586	15,964	17,313	18,637
$m=5$	16,47	14,864	16,348	17,789	19,196	20,576	21,932
$m=6$	19,616	18,016	19,513	20,973	22,401	23,804	25,184

Tableau 1.5 : Les racines u'_{nm} des dérivées J'_n des fonctions de Bessel d'ordre $n=1$ à 6. [Bro91]

Les équations (1.78) et (1.79) confirment que la constante de coupure k_c d'un mode de propagation ne dépend que de la géométrie de l'applicateur. k_c est inversement proportionnel à la longueur d'onde de coupure : $\lambda_c = 2\pi/k_c$. En tenant compte de la vitesse de propagation $v = \lambda f = 1/\sqrt{\mu\epsilon}$, la fréquence de coupure d'un mode de propagation (nm) est calculée à partir de k_c et des propriétés diélectriques du milieu.

$$f_{c,nm} = \frac{k_{c,nm}}{2\pi\sqrt{\mu\epsilon}} \tag{1.80}$$

Pour qu'un mode de propagation puisse exister, il faut que la constante de propagation libre k soit supérieure à k_c . Ceci implique que la fréquence d'excitation f soit supérieure à la fréquence de coupure du mode ($f > f_{c,nm}$) compte tenu de la géométrie de l'applicateur et du milieu à son intérieur.

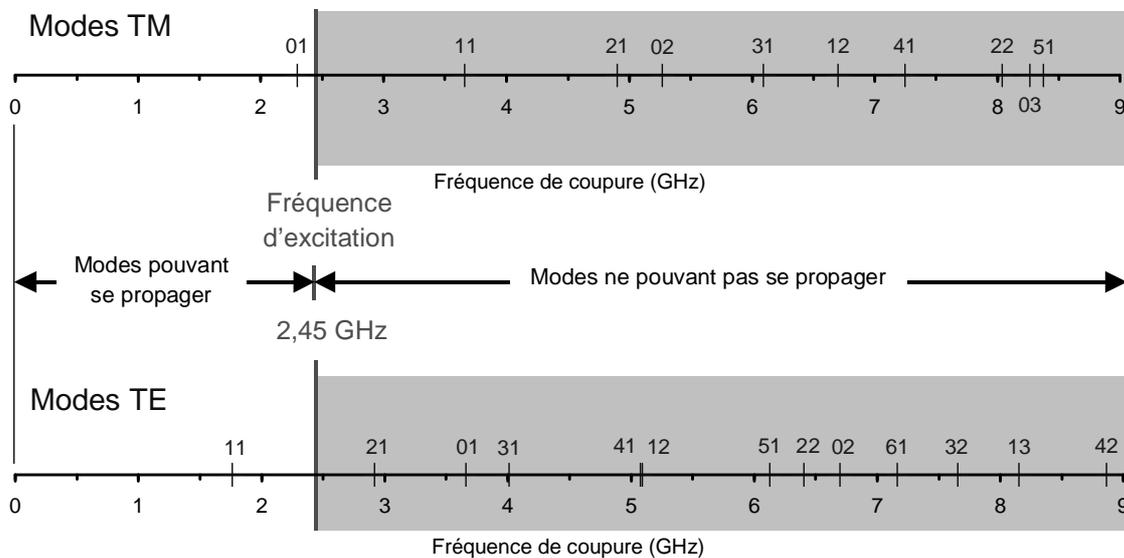


Figure 1.22 : Fréquences de coupure des modes de propagation dans l'applicateur cylindrique (rayon $r \approx 50\text{mm}$) sans remplissage ($\epsilon = \epsilon_0$; $\mu = \mu_0$).

A une fréquence d'excitation donnée, le nombre de modes pouvant se propager est donc limité par la condition $f_{c,nm} < f$. La **Figure 1.22** montre les fréquences de coupure des modes $n = 0..6$ entre 0 et 9 GHz pour l'applicateur cylindrique de cette étude ($r \approx 50\text{mm}$). On constate que, quand l'applicateur est vide ($\epsilon = \epsilon_0$; $\mu = \mu_0$), les seuls modes dont la fréquence de coupure est inférieure à la fréquence d'excitation (2,45GHz) sont les modes TE_{11} avec $f_c(TE_{11})=1,759\text{GHz}$ ($u'_{11}=1,841$) et TM_{01} avec $f_c(TM_{01})=2,297\text{GHz}$ ($u_{01}=2,405$). (Voir aussi **Tableau 1.4** et **Tableau 1.5**).

Le mode avec la plus petite fréquence de coupure est appelé mode fondamental. Ici, il s'agit du mode TE_{11} . Etant donné qu'il y a deux modes pouvant se propager à la fréquence d'excitation de 2,45GHz, par sa géométrie, l'applicateur n'est pas strictement monomode. Il y a pourtant une condition aux limites supplémentaire rentrant en jeu : celle de la continuité des champs aux extrémités de l'applicateur. En fait, l'applicateur est alimenté par un guide à section rectangulaire standard WR 340. La transition entre le guide rectangulaire et l'applicateur circulaire est géométriquement progressive. Le guide standard fonctionne selon le mode fondamental en section rectangulaire TE_{01} . Le champ électrique dans le guide est orienté parallèlement au petit côté de sa section. Afin de satisfaire la continuité, l'orientation du champ à l'entrée de l'applicateur doit correspondre à l'orientation du champ dans le guide (**Figure 1.23**). Entre les deux modes possibles dans l'applicateur, le mode TE_{11} respecte au mieux la continuité des champs : comme le mode TE_{01} en section rectangulaire, le mode TE_{11} en section circulaire admet un champ E unidirectionnel orienté perpendiculairement à l'axe et maximum dans le plan médian du guide. La **Figure 1.24** montre les distributions du champ électrique selon le mode TE_{01} dans le guide et selon le mode TE_{11} dans l'applicateur. On confirme la familiarité des deux modes. Le mode TE_{11} est donc le plus probable à être excité dans la structure circulaire.

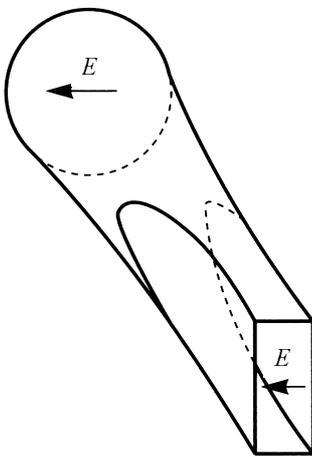
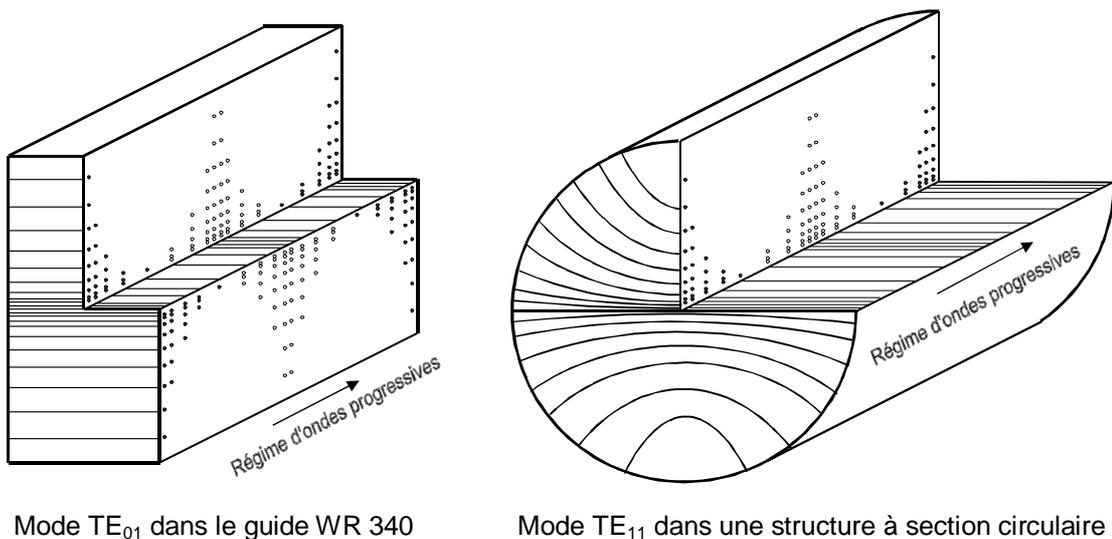


Figure 1.23 : Transition de section entre rectangulaire et circulaire. [Com96]

La symétrie de révolution de l'applicateur fait qu'il n'y a aucune direction de polarisation privilégiée par la géométrie. A priori, le champ électrique au sein de l'applicateur peut donc tourner en fonction de la polarisation du champ délivré par le guide. La condition de continuité des champs conditionne donc à la fois le mode de propagation et la direction de polarisation. Lorsqu'il s'agit d'un régime d'ondes progressives, les maxima et minima de champ se déplacent en direction axiale à la vitesse de propagation des ondes. La Figure 1.24 représente alors des images instantanées de la distribution du champ électrique. [Com96, Tra00]



Mode TE_{01} dans le guide WR 340

Mode TE_{11} dans une structure à section circulaire

Figure 1.24 : Lignes de champ électrique pour les modes fondamentaux TE dans des structures métalliques à section rectangulaire et circulaire respectivement. [Com96]

L'équation (1.80) montre que, contrairement à la constante k_c , la fréquence de coupure f_c d'un mode dépend de la vitesse de propagation et donc des propriétés ϵ et μ du milieu. Lorsque le même applicateur est rempli par un diélectrique d'une permittivité $\epsilon > \epsilon_0$, les fréquences de coupure des différents modes sont inférieures à celles de l'applicateur vide. A la fréquence d'excitation de 2,45 GHz, six modes peuvent alors se propager et l'applicateur ne peut plus être considéré comme monomode (Modes TE₁₁, TM₀₁, TE₂₁, TE₀₁, TM₁₁ et TE₃₁). La **Figure 1.25** montre les fréquences de coupure des modes ($n=1\dots6$) comprises entre 0 et 9 GHz pour l'applicateur cylindrique ($r \approx 50\text{mm}$) rempli d'un diélectrique avec une permittivité $\epsilon = 4\epsilon_0$. Cette valeur est comparable à la permittivité (partie réelle) des résines époxydes. On constate que, dans l'applicateur rempli, au moins deux modes TM et quatre modes TE sont susceptibles à se propager.

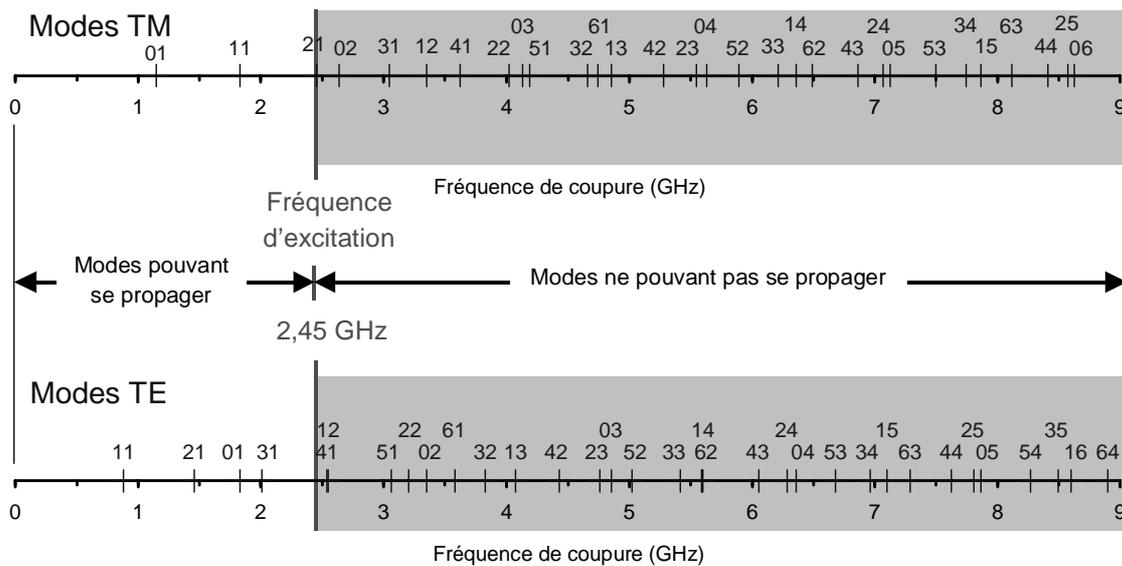


Figure 1.25 : Fréquences de coupure des modes de propagation dans l'applicateur cylindrique (rayon $R \approx 50\text{mm}$) entièrement rempli d'une résine époxyde ($\epsilon' = 4 \epsilon_0$; $\epsilon'' \approx 0$; $\mu = \mu_0$).

Un autre effet de la présence d'un diélectrique au sein d'un applicateur est, s'il s'agit d'un milieu à pertes, l'atténuation des ondes en direction de la propagation. D'après les équations (1.66) à (1.77), la propagation des ondes en direction longitudinale z est décrite par la fonction $e^{-jk_g z}$. k_g est la constante de propagation en guide définie selon l'équation (1.61) par $k_g = \sqrt{k^2 - k_c^2}$. Si l'on introduit une fonction E_T décrivant le champ électrique dans le plan transversal du guide (en directions ρ et θ), on peut exprimer la fonction vectorielle E en fonction de E_T et du terme de phase :

$$\vec{E}(\rho, \theta, z, t) = E_T(\rho, \theta) e^{-jk_g z} e^{j\omega t} \quad (1.81)$$

L'exposant complexe $-jk_g z$ est le plus souvent exprimé par la constante de propagation γ . Celle-ci est composée du paramètre d'atténuation α et du paramètre de phase β :

$$\gamma = jk_g = \alpha + j\beta \quad (1.82)$$

Le paramètre d'atténuation α décrit l'affaiblissement de l'onde dans la direction principale de propagation tandis que le paramètre de phase β marque la propagation de l'onde. β intervient avec

$j\omega t$ dans le terme de phase. L'évolution du champ électrique en fonction de z peut ainsi être exprimée par

$$\vec{E}(\rho, \theta, z, t) = E_T(\rho, \theta) e^{-\gamma z} e^{j\omega t} = E_T(\rho, \theta) e^{-\alpha z} e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (1.83)$$

Dans un milieu à pertes ($\epsilon'' > 0$ et/ou $\sigma > 0$), l'atténuation du champ électrique en direction z est de la forme [Jao01]

$$\vec{E}(z) = \vec{E}_0 e^{-\alpha z} \quad \text{avec } \vec{E}_0 = \vec{E}(z=0) \quad (1.84)$$

Sur une distance parcourue de $n \cdot \frac{1}{\alpha}$, l'amplitude du champ est diminuée d'un facteur $\frac{1}{e^n}$. Le paramètre d'atténuation α conditionne donc la profondeur de pénétration δ dans un milieu diélectrique à pertes. Cette dernière est définie comme étant l'inverse de α . (**Figure 1.26**) [Com97]

$$\delta = \frac{1}{\alpha} \quad (1.85)$$

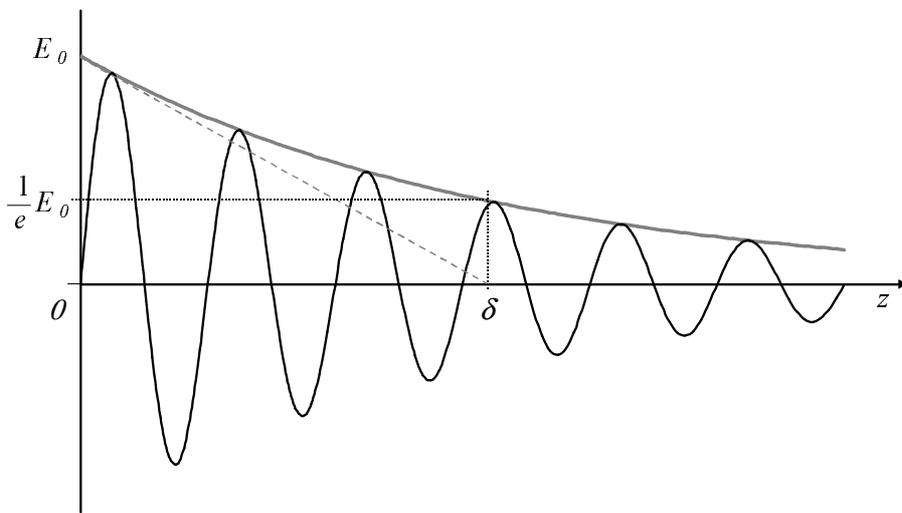


Figure 1.26 : Atténuation d'une onde électromagnétique – profondeur de pénétration.

Plusieurs phénomènes conduisent à l'atténuation d'une onde électromagnétique :

1. Quand une onde se propage dans un guide métallique, les composantes du champ électrique tangentielles aux parois sont compensées par des courants électriques. Comme le matériau des parois est d'une conductivité finie ($\sigma < \infty$), ces courants entraînent une dissipation d'énergie par effet Joule. Dans ce cas, le coefficient α dépend de la géométrie du guide, des fréquences f et f_c et de la conductivité électrique de la paroi métallique. Par exemple, pour un guide d'onde cylindrique en cuivre ($\sigma = 5,8 \cdot 10^7$ S/m) d'un diamètre R et rempli d'air ($\mu = \mu_0$; $\epsilon = \epsilon_0$) au sein duquel une onde se propage selon le mode TE_{11} , le paramètre d'atténuation α s'exprime par : [Com96]

$$\alpha_{\text{guide}} = \frac{5,5 \cdot 10^{-5}}{R^{3/2}} \frac{\left(\frac{f}{f_c}\right)^{-1/2} + \frac{1}{2,38} \left(\frac{f}{f_c}\right)^{3/2}}{\left[\left(\frac{f}{f_c}\right)^2 - 1\right]^{1/2}} \quad [\alpha] = \frac{1}{m} \quad (1.86)$$

2. En propagation libre dans un milieu diélectrique à pertes ($\tilde{k} = \omega\sqrt{\mu\tilde{\epsilon}_e}$), l'énergie transportée par l'onde est progressivement dissipée en chaleur. Pour le cas général d'un milieu à pertes diélectriques et pertes de conduction (avec la conductivité équivalente $\sigma_e = \sigma + \omega\epsilon''$), les paramètres α et β dépendent des propriétés diélectriques (ϵ' , ϵ'') et de la conductivité électrique σ du milieu : [Com97]

$$\alpha_{\text{milieu}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \omega\sqrt{\mu\epsilon'} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\sigma + \omega\epsilon''}{\omega\epsilon'} \right)^2} - 1 \right)^{1/2} \quad \text{avec pour unité : } [\alpha] = \frac{1}{m} \quad (1.87)$$

$$\beta_{\text{milieu}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \omega\sqrt{\mu\epsilon'} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\sigma + \omega\epsilon''}{\omega\epsilon'} \right)^2} + 1 \right)^{1/2} \quad \text{avec pour unité : } [\beta] = \frac{1}{m} \quad (1.88)$$

On confirme aisément que, dans le cas d'un milieu sans pertes ($\epsilon'' = 0$; $\sigma = 0$), le coefficient α s'annule et β devient égal à la constante de propagation libre : $\omega\sqrt{\mu\epsilon'}$.

La densité de puissance transportée par l'onde est définie en fonction du produit vectoriel des fonctions des champs \vec{E} et \vec{H} :

$$\vec{p} = \frac{1}{2} (\vec{E} \times \vec{H}) \quad \text{unité : } [\vec{p}] = \frac{W}{m^2} \quad (1.89)$$

Dans un guide d'onde, la puissance transportée en direction longitudinale z se calcule donc en intégrant la densité de puissance \vec{p} sur la section S du guide.

$$P(z) = \frac{1}{2} \iint_S (\vec{E} \times \vec{H}) \cdot \vec{z} \, dS \quad \text{unité : } [P] = W \quad (1.90)$$

Quand la propagation est soumise à des pertes (dans les parois du guide ou dans le milieu), les fonctions \vec{E} et \vec{H} sont soumises toutes deux à une atténuation en $e^{-\alpha z}$. La variation de puissance le long de l'axe du guide orienté en direction de z est donc de la forme

$$P(z) = P_0 e^{-2\alpha z}, \quad \text{avec } P_0 = P(z=0). \quad (1.91)$$

Ici, P_0 représente la puissance incidente à l'entrée de l'onde dans le guide. [Com96]

La profondeur de pénétration d'une onde électromagnétique dans un milieu conducteur est particulièrement petite. Dans ce cas, les champs sont compensés par des courants électriques induits dans la surface métallique. Ce phénomène est appelé *effet de peau*. Pour un milieu conducteur, la définition du coefficient d'atténuation (équation (1.87)) se simplifie à

$$\alpha_{\text{conducteur}} = \sqrt{\pi \mu \sigma f} \quad \text{pour } \epsilon'' = 0 \text{ et } \frac{\sigma}{\omega\epsilon'} \gg 1 \quad (1.92)$$

Par exemple, la profondeur de pénétration δ d'ondes électromagnétiques d'une fréquence de 2,45GHz dans du cuivre ($\sigma_{\text{cuivre}} \approx 58 \cdot 10^6$ S/m, $\mu = \mu_0$) se calcule ainsi à 1,3 μ m. Pour le matériau des fibres du stratifié carbone/époxy ($\sigma_{\text{carbone}} \approx 58,8 \cdot 10^3$ S/m, $\mu = \mu_0$), le même calcul fournit un δ de 41,9 μ m. [Com97]

Nous cherchons à estimer la profondeur de pénétration des ondes à 2,45GHz dans le stratifié tissé carbone/époxy de cette étude. Pour ce faire, nous considérons la propagation d'une onde à travers un milieu infini disposant des mêmes propriétés que le stratifié. Etant donné que le diamètre des fibres est très petit devant la longueur d'onde, nous pouvons considérer le composite comme un milieu diélectrique homogène par rapport aux microondes avec les propriétés apparentes ϵ' et ϵ'' déterminées expérimentalement au paragraphe 1.2. Ceci nous permet d'appliquer l'équation (1.87) en utilisant pour ϵ' et ϵ'' des valeurs moyennées sur les températures balayées (25 à 180°C) et en négligeant toute influence supplémentaire de la conductivité des fibres ($\sigma=0$). Si l'onde se propage à un angle de 45° par rapport aux fibres, les propriétés moyennées sont $\bar{\epsilon}' = 47,6 \epsilon_0$ et $\bar{\epsilon}'' = 2,9 \epsilon_0$ (**Figure 1.7**). Dans ce cas, la profondeur de pénétration des ondes dans le stratifié est estimée à 93mm. Par contre, lorsque l'onde se propage à 90° par rapport aux mèches préimprégnées ($\bar{\epsilon}' = 25,3 \epsilon_0$ et $\bar{\epsilon}'' = 2,7 \epsilon_0$), cf. **Figure 1.8**, la profondeur de pénétration δ ainsi calculée se réduit à 74mm. Ceci confirme le constat du paragraphe 1.2 : le stratifié carbone/époxy de cette étude est effectivement un matériau absorbant fortement les microondes.

L'intensité du champ électrique E est défini comme étant la norme du vecteur \vec{E} . Exprimée en coordonnées cylindriques, elle s'écrit :

$$E = |\vec{E}| = \sqrt{E_\rho^2 + E_\theta^2 + E_z^2} \quad (1.93)$$

Grâce au couplage entre les champs \vec{E} et \vec{H} , l'intensité du champ électrique E est une mesure de l'énergie véhiculée par les ondes. Rappelons que la densité de puissance dissipée lors de la propagation d'une onde dans un milieu à pertes (diélectriques et/ou conductrices) est une fonction de la valeur efficace du champ électrique E_{eff} et de la caractéristique de pertes équivalente $\epsilon_e'' = \epsilon'' + \frac{\sigma}{\omega}$ du milieu, $\omega = 2\pi f$ étant la pulsation (cf. équation (1.26)).

$$P_{diss} = \omega \epsilon_e'' E_{eff}^2 \quad (1.94)$$

La distribution du champ électrique donne accès à la répartition et à l'intensité des sources de chaleur créées par l'absorption des microondes. Toutefois, ceci est soumis à la condition que le mode de propagation soit maîtrisé, le remplissage de l'applicateur homogène et que les propriétés du milieu soient parfaitement connues. Or, dans le cas de cette étude, la technique du moulage au sac utilisée entraîne un chargement de l'applicateur par plusieurs objets consistant en matériaux différents. Il s'agit donc d'un remplissage partiel par un milieu hétérogène en termes de propriétés diélectriques. De plus, les interfaces entre les objets représentent des discontinuités du milieu pouvant conduire à la réflexion des ondes. Ceci entraîne des phénomènes de résonance à l'échelle des objets et donc à une stationnarité élevée des ondes au sein des objets.

Eu égard à la complexité des conditions réelles de propagation, une analyse expérimentale de la distribution du champ électrique s'est imposée pour la mise en place du procédé d'élaboration par microondes. Celle-ci sera décrite au paragraphe 1.6 ci-après.

1.6 Distribution du champ électrique – approche expérimentale

1.6.1 Description de la méthode utilisée : la thermographie

Les équations de propagation développées à partir des équations de Maxwell fournissent une description théorique de la distribution des champs électrique et magnétique. La représentation donnée au paragraphe 1.5 est limitée au cas d'un remplissage homogène de l'applicateur par un diélectrique à propriétés ϵ' , ϵ'' connues. Or, le procédé de moulage au sac prévu implique un remplissage partiel de l'applicateur comparable au chargement d'un autoclave. La description théorique de la propagation des ondes dans ces conditions reste difficile.

Pour cette raison, nous nous sommes intéressés en parallèle à une approche expérimentale permettant de déterminer la distribution du champ électrique au sein d'un applicateur microonde : la thermographie. Cette méthode est basée sur l'effet thermique de l'interaction des microondes avec un milieu absorbant. Elle permet notamment de visualiser les maxima et minima de la température dans le volume de l'applicateur. Compte tenu de la définition de la puissance dissipée (équation (1.94)), les variations de température correspondent aux variations de l'intensité du champ électrique.

La technique consiste à introduire dans l'applicateur (vide ou chargé de diélectrique) un objet absorbant auquel on ajoute une feuille de papier thermosensible. L'objet est chauffé par l'absorption de microondes et chauffe à son tour la feuille de papier par conduction. Le papier thermosensible change de couleur aux endroits où la température de l'objet dépasse environ 100°C. Le marquage ainsi obtenu permet de détecter les variations de température dans l'objet absorbant. Selon l'équation (1.94), un maximum en puissance absorbée conduit à un maximum de température et correspond à un maximum en intensité de champ. Il est pourtant essentiel que l'influence de l'objet sur la distribution du champ électrique reste faible.

Dans cette étude, une feuille repliée de carton d'une épaisseur de 0,2mm nous a servi d'objet absorbant. Comme l'épaisseur du carton est faible, il n'affecte pas (ou très peu) la distribution du champ. Exposé aux microondes, le carton subit une élévation de température considérable. Pour assurer un bon transfert de chaleur, la feuille de papier thermosensible a été insérée entre les deux couches de carton (**Figure 1.27**). Pour les thermographies, l'alimentation de l'applicateur en microondes a été effectuée selon trois conditions différentes :

1. Le générateur de droite fonctionne pendant 2min à une puissance moyenne de 1000W.
2. Le générateur de gauche fonctionne pendant 2min à une puissance moyenne de 1000W.
3. Les deux générateurs fonctionnent en alternance ($P_{moy}=2000W$) pendant 1 min.

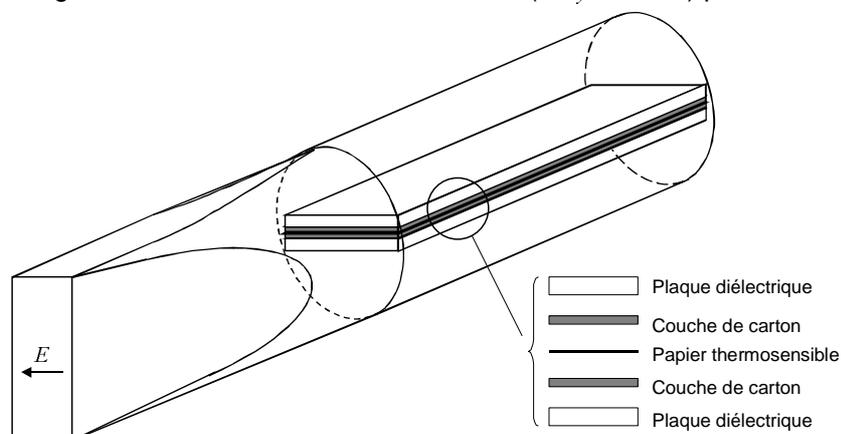


Figure 1.27 : Chargement de l'applicateur microonde pour des thermographies.

Il est ainsi possible de visualiser les champs électriques créés par les deux générateurs séparément et d'analyser leur superposition dans le temps. Quand il s'agit d'un régime d'ondes stationnaires où les maxima et minima du champ restent fixes, le marquage sur le papier thermosensible permet de reconnaître le mode de propagation des ondes et révèle la longueur d'onde : la distance entre deux points de forte intensité de champ correspond à $\lambda_g/2$. Nous rappelons que la mesure de la stationnarité des ondes est le taux d'ondes stationnaires (*TOS*). Il est défini comme étant le rapport entre la plus grande et la plus petite valeur d'intensité du champ électrique :

$$TOS = \frac{E_{\max}}{E_{\min}}. \quad (1.95)$$

Dans un régime d'ondes stationnaires parfait, les maxima et minima de champ restent fixes. L'intensité du champ entre deux maxima est proche de 0. Par conséquent, le *TOS* devient infini. Lorsqu'il s'agit d'un régime d'ondes progressives parfait, le déplacement périodique des maxima et minima fait que l'intensité du champ (moyennée dans le temps) est identique à tout point du volume. Dans ce cas, le *TOS* est donc égal à 1. Dans des conditions réelles de propagation, la valeur du *TOS* se trouve toujours entre ces deux cas de figure.

La méthode des thermographies est particulièrement avantageuse quand les propriétés diélectriques de la charge ne sont pas uniformes (chargement partiel par plusieurs objets différents). Pourtant, l'observation faite reste limitée au plan de la charge de carton/papier. A priori, la méthode donne un résultat qualitatif et permet une comparaison des conditions de propagation. Il s'agit donc plutôt d'une méthode de reconnaissance que de détermination des modes. La technique est simple à mettre en œuvre et permet de déterminer l'influence de certains paramètres sur la distribution du champ électrique et sur le mode de propagation dans l'applicateur. Les paramètres concernés sont notamment la quantité de la charge diélectrique (ici des plaques en silicone/verre), les dimensions de la charge (la longueur et l'épaisseur des plaques), la position (angulaire et axiale) de la charge dans l'applicateur et l'alimentation de l'applicateur (un seul des générateurs ou les deux en alternance). L'étude paramétrique ci-dessous nous a permis d'optimiser les dimensions du moule et les conditions d'alimentation réalisées lors de l'élaboration du stratifié carbone/époxy.

Comme la thermométrie, la thermographie fait partie des méthodes de calorimétrie. Tandis que la thermométrie fournit une mesure quantitative mais ponctuelle de la température, la thermographie donne une cartographie des maxima et minima de *T* sur une surface ou même dans un volume. Elle ne permet pourtant pas de déterminer la valeur exacte de la température. Par contre, la technique de thermométrie sera utilisée plus tard, lorsqu'il s'agira de définir le protocole du procédé mise en œuvre (paragraphe 1.7).

1.6.2 Distribution du champ électrique – étude de paramètres

Dans un premier temps, nous avons introduit la charge de carton/papier thermosensible comme seul objet diélectrique dans l'applicateur. Comme l'épaisseur de la charge est relativement petite, les conditions de propagation ainsi obtenues sont comparables à celles dans l'applicateur vide. L'alimentation a été effectuée par le générateur de droite uniquement. L'applicateur ouvert des deux côtés vers les guides d'ondes permet l'instauration d'un régime d'ondes progressives. Nous avons fait varier l'orientation angulaire de la charge diélectrique entre le plan central horizontal et le plan central vertical du cylindre. (**Figure 1.28**)

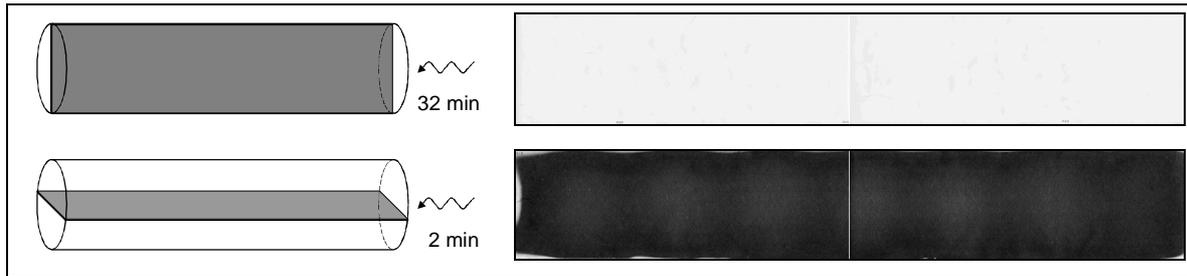
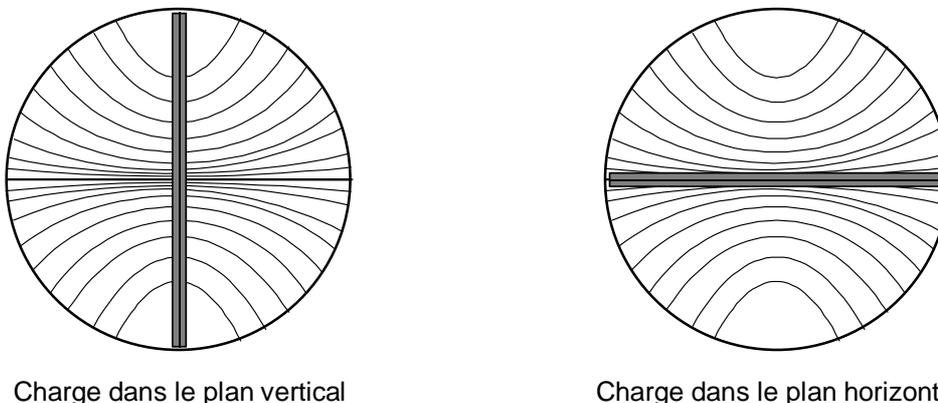


Figure 1.28 : Variation de la position angulaire de la charge carton/papier thermosensible dans l'applicateur cylindrique : plan vertical et plan horizontal.

Quand la charge de carton/papier est orientée dans le plan central vertical, l'absorption d'énergie par le carton est très faible : même après plus de 30min d'alimentation en microondes ($P_{moy}=1000W$), le papier thermosensible reste blanc. Dans le cas contraire, lorsque la charge se trouve dans le plan horizontal, un marquage relativement uniforme apparaît sur la feuille au cours de 2min d'alimentation. Le régime d'ondes progressives est donc clairement prédominant. Néanmoins, on devine des taches témoignant d'un taux d'ondes stationnaires supérieur à 1. Les centres de ces taches sont répartis à équidistance (environ 85mm) sur l'axe de l'applicateur. La longueur d'onde à 2,45GHz dans l'applicateur vide est donc voisine de 170mm. Le marquage obtenu ne porte que très peu de signes d'une atténuation des ondes en direction de la propagation.

La différence marquée entre les deux orientations de la charge confirme le résultat de l'approche théorique décrite au paragraphe 1.5 (**Figure 1.24**). Le fort marquage du papier lorsque la charge est orientée horizontalement suggère que, dans ces conditions, elle soit parallèle aux lignes de champ. L'intensité du champ électrique atteint un maximum dans le plan central horizontal ; les maxima d'intensité se trouvent alignés sur l'axe de l'applicateur. Il s'agit donc effectivement du mode fondamental TE_{11} . (**Figure 1.29**)



Charge dans le plan vertical

Charge dans le plan horizontal

Figure 1.29 : Orientation de la charge de carton/papier par rapport aux lignes de champ électrique.

Compte tenu du remplissage partiel envisagé pour réaliser le moulage au sac, nous avons choisi de poursuivre l'étude de paramètres en introduisant dans l'applicateur des plaques d'un composite stratifié silicone/verre (VETRONITE Silicone 64020). Comme ce matériau a été utilisé dans plusieurs travaux précédents, ses propriétés diélectriques à 2,45 GHz sont bien connues : $\epsilon' = 4,5 \cdot \epsilon_0$; $\epsilon'' = 0,03 \cdot \epsilon_0$ [Jao01]. Comme le coefficient de pertes du stratifié silicone/verre est très faible, l'absorption des ondes par ce matériau est négligeable. L'effet de la plaque devrait se limiter essentiellement à une augmentation de l'intensité du champ E grâce à la propriété ϵ' du silicone/verre. L'alimentation en microondes a toujours été effectuée par le seul générateur de droite.

La première série d'essais portait sur l'épaisseur de la charge en silicone/verre. Avec une longueur égale à celle de l'applicateur (600mm) et une largeur égale à son diamètre (100mm), les plaques introduites couvrent la totalité du plan central horizontal. Nous avons fait varier l'épaisseur de silicone/verre entre 0 et 6mm. Les thermographies ainsi obtenues sont représentées par la **Figure 1.30**.

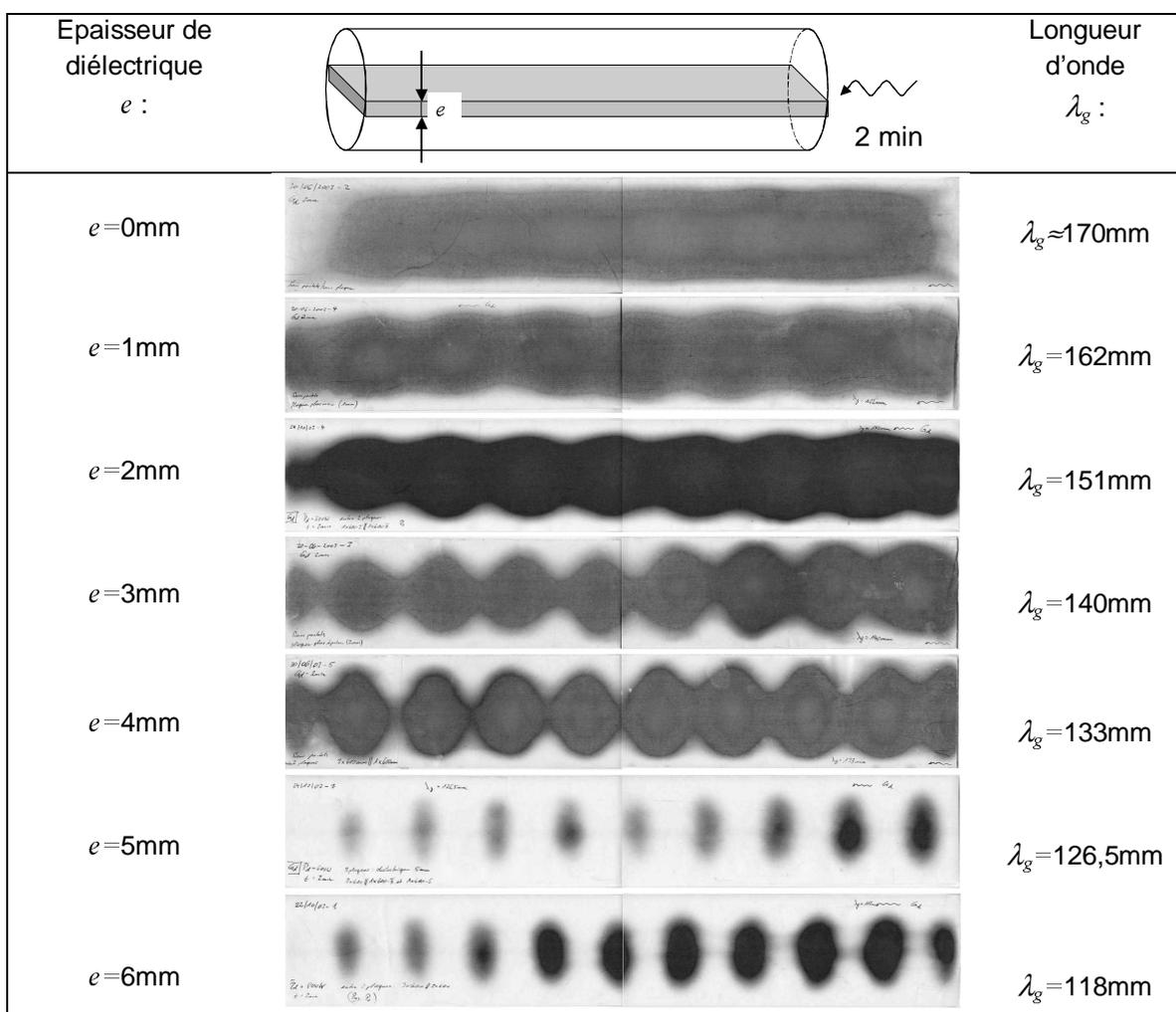


Figure 1.30 : Influence de l'épaisseur de diélectrique sur la distribution du champ électrique.

On constate d'abord que, grâce à la présence du diélectrique, le régime d'ondes progressives cède successivement la place à un régime d'ondes stationnaires. Quand l'applicateur non court-circuité n'est chargé que par le carton ($e = 0\text{mm}$), on obtient un marquage continu du papier relevant d'un régime d'ondes progressives. Plus l'épaisseur de silicone/verre est grande, plus des taches distinctes apparaissent ce qui correspond aux maxima et minima du champ lors d'un régime

d'ondes stationnaires. De plus, les thermographies montrent que les ondes sont atténuées au cours de leur passage à travers l'applicateur : en général, la taille des taches (et donc l'intensité du champ) diminue de la droite vers la gauche sur la feuille. Grâce au taux d'ondes stationnaires supérieur à 1, nous pouvons déterminer les longueurs d'onde λ_g sur les thermographies. Lorsqu'on trace les valeurs de λ_g ainsi obtenues en fonction de l'épaisseur e de silicone/verre, on trouve une relation approximativement linéaire comme le montre la **Figure 1.31**.

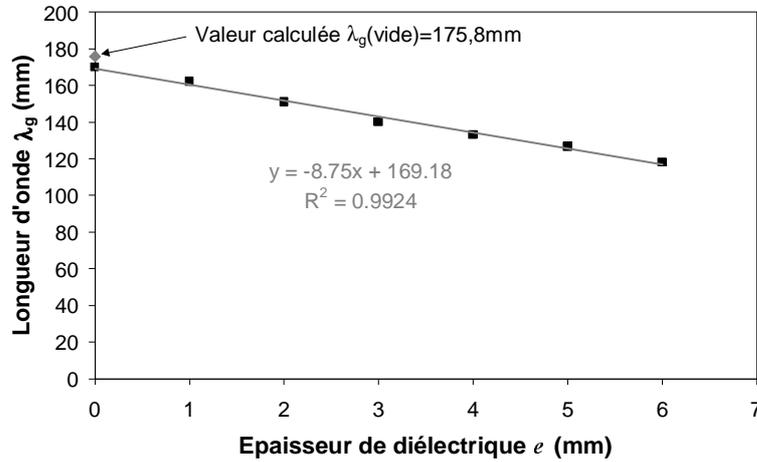


Figure 1.31 : Evolution de la longueur d'onde en fonction de l'épaisseur de diélectrique ($f=2,45\text{GHz}$, applicateur cylindrique $d=100\text{mm}$, mode TE_{11}).

En parallèle, nous avons déterminé la longueur d'onde dans l'applicateur vide (avec un rayon r de 50mm) pour la fréquence de 2,45 GHz selon l'expression

$$\lambda_g = \frac{2\pi}{k_g} = \frac{2\pi}{\sqrt{k^2 - k_c^2}} \tag{1.96}$$

Pour le mode TE_{11} ($u'_{11}=1,841$), la constante de coupure k_c se calcule selon l'équation (1.79) à $36,82\text{m}^{-1}$. Ceci fournit une valeur de λ_g dans l'applicateur vide de 175,8mm. La longueur d'onde déterminée expérimentalement (170mm) quand l'applicateur n'est rempli que par la charge de carton/papier ($e=0\text{mm}$) est donc proche de la valeur calculée.

Ensuite, nous avons comparé les trois conditions d'alimentation définies ci-dessus pour l'épaisseur $e=3\text{mm}$: le générateur de droite seul, le générateur de gauche seul ou bien les deux générateurs fonctionnant en alternance. Ceci nous a permis de visualiser les positions des maxima et des minima de champ engendrés par les deux trains d'ondes séparément ou superposés. La **Figure 1.32** montre les thermographies correspondantes obtenues.

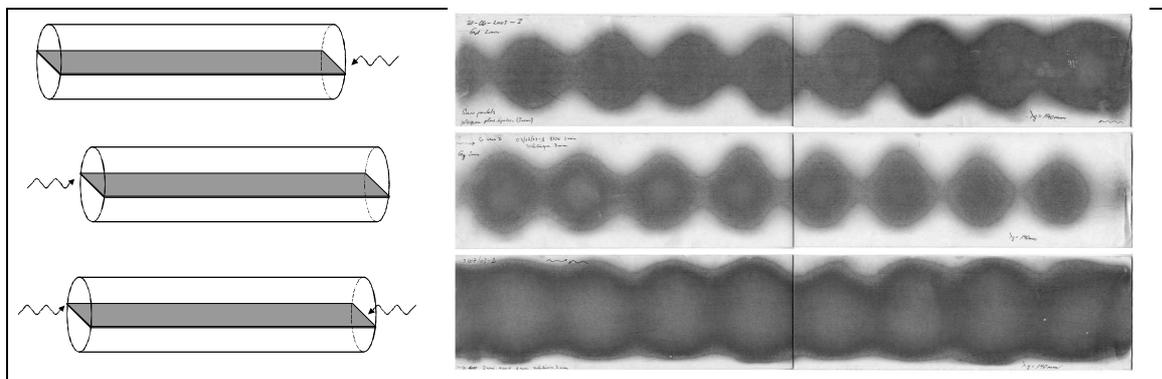


Figure 1.32 : Superposition des effets thermiques engendrés par les deux trains d'ondes.

Nous avons pu constater que, dans ces conditions particulières, les deux trains d'ondes provenant des deux générateurs sont décalés l'un par rapport à l'autre. Lorsque les deux générateurs fonctionnent en alternance, la thermographie obtenue est plus uniforme : des taches plus larges résultent de la superposition des maxima de champ des deux ondes stationnaires. Pour la plaque de $e=3\text{mm}$, la longueur d'onde s'élève à 140mm . Par rapport à ce λ_g , la longueur de la plaque (600mm) est voisine de $17 \cdot \lambda_g / 4$.

En comparant les thermographies montrées par **Figure 1.30** et **Figure 1.32**, on constate que la condition à l'interface de sortie semble être identique pour toutes les thermographies des ondes stationnaires : quelle que soit la direction de propagation, l'interface de sortie coïncide avec un maximum de champ. Par comparaison à une onde mécanique, ceci correspond à la réflexion de l'onde sur une extrémité libre. Par contre, la condition à l'interface d'entrée varie selon les circonstances. L'observation suggère que l'interface de sortie conditionne la position axiale des maxima et minima du champ et, de manière indirecte, impose également les conditions à l'entrée par l'intermédiaire de la longueur d'onde.

La stationnarité des ondes suggère que des phénomènes de résonance interviennent quand l'applicateur est chargé de diélectrique. Typiquement, cette résonance est due à la réflexion partielle des ondes aux interfaces rencontrées sur leur parcours. Afin de mettre en évidence l'influence des différentes interfaces, nous avons fait varier la position axiale de la charge diélectrique : la plaque ($e=3\text{mm}$) a d'abord été placée au centre par rapport à la longueur de l'applicateur (position z_0). Ensuite, l'ensemble de la charge diélectrique a été décalé sur l'axe du cylindre par des pas de 10mm (Positions $z_0-20\text{mm}$, $z_0-10\text{mm}$, $z_0+10\text{mm}$, $z_0+20\text{mm}$) de manière à dépasser l'applicateur de 10 ou 20mm et à rentrer dans la pièce de transition. Ici encore, nous n'avons utilisé que le générateur de droite (**Figure 1.33**).

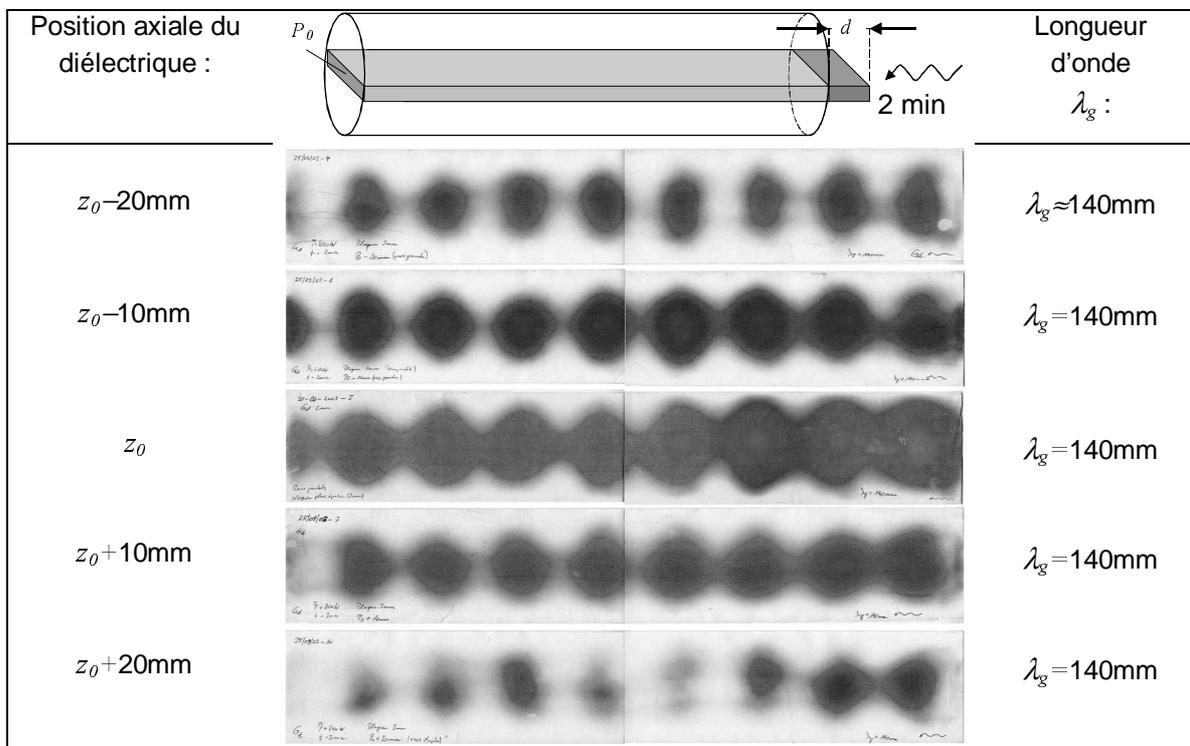


Figure 1.33 : Variation de la position de la charge diélectrique en direction axiale.

On peut observer que le déplacement de la plaque entraîne une perturbation du champ électrique notamment pour les positions $z_0 \pm 20\text{mm}$. Néanmoins, nous avons pu constater que les maxima et minima restent fixes sur la plaque de silicone/verre même si cette dernière est décalée dans

l'applicateur. Le fait que les positions des points chauds ne soient pas imposées par l'applicateur suggère que la stationnarité des ondes soit due principalement aux interfaces de l'objet (c'est à dire de la charge diélectrique). Nous avons conclu qu'il s'agit d'un phénomène de résonance à l'échelle de l'objet plutôt qu'à l'échelle de l'applicateur.

Deux solutions permettent de prendre en compte le régime d'ondes stationnaires prédominant lorsque l'applicateur est chargé de diélectrique afin d'atteindre une distribution de champ plus homogène :

1. L'alimentation de l'applicateur des deux côtés par deux ondes stationnaires déphasées afin d'atteindre une complémentarité entre les maxima et minima des champs générés.
2. L'adaptation des interfaces d'entrée et de sortie de l'objet afin de réduire le taux d'ondes stationnaires.

En ce qui concerne la première approche, on cherche à réaliser une configuration où les maxima et minima des deux ondes sont déphasés de manière à ce que chaque maximum de l'une coïncide avec un minimum de l'autre. Ces conditions de propagation sont appelées « quadrature ». Il s'agit donc d'atteindre un décalage de $\lambda_g/4$ entre les deux ondes.

Pour ce faire, nous avons fait varier la longueur de la plaque de silicone/verre ($e=3\text{mm}$) en choisissant des valeurs de L correspondant à des multiples entiers de $\lambda_g/4$. Deux configurations particulières seront discutées ici : une première plaque d'une longueur de $14 \cdot \lambda_g/4$, soit 490mm (**Figure 1.34**), et une deuxième de $13 \cdot \lambda_g/4$, soit 455mm (**Figure 1.35**).

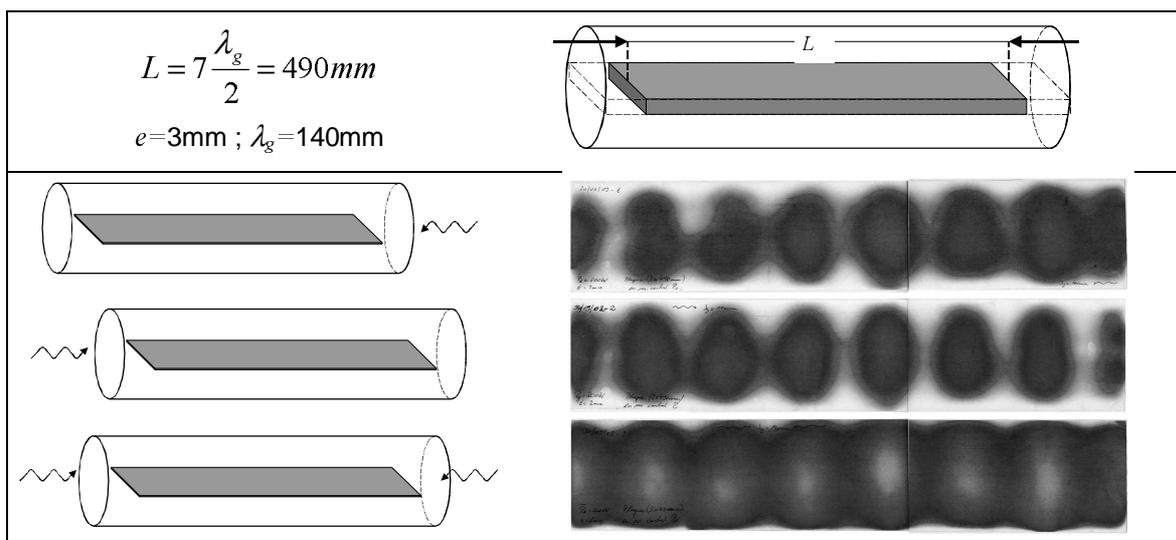


Figure 1.34 : Variation de la longueur de la plaque de silicone/verre : $14 \cdot \lambda_g/4 = 490\text{mm}$.

Quand la longueur de la plaque correspond à un multiple entier de $\lambda_g/2$, les maxima et minima des deux ondes sont parfaitement superposés. Dans ce cas, l'alimentation de l'applicateur par les deux générateurs amplifie l'intensité du phénomène et donc l'hétérogénéité du champ. Par contre, la longueur correspondant à un multiple entier impair de $\lambda_g/4$ entraîne un déphasage des deux trains d'ondes tel que les positions des maxima et minima sont complémentaires. Dans ce cas, la double alimentation amène un champ électrique plus uniforme et donc un marquage plus homogène du papier thermosensible (**Figure 1.35**). Toutefois, nous avons constaté que, pour la plaque de $13 \cdot \lambda_g/4$, la puissance réfléchie par l'applicateur est 10 fois plus élevée que pour la plaque de $14 \cdot \lambda_g/4$ (40W par rapport à 4W). Par rapport à la puissance incidente (1000W), la réflexion reste pourtant globalement faible.

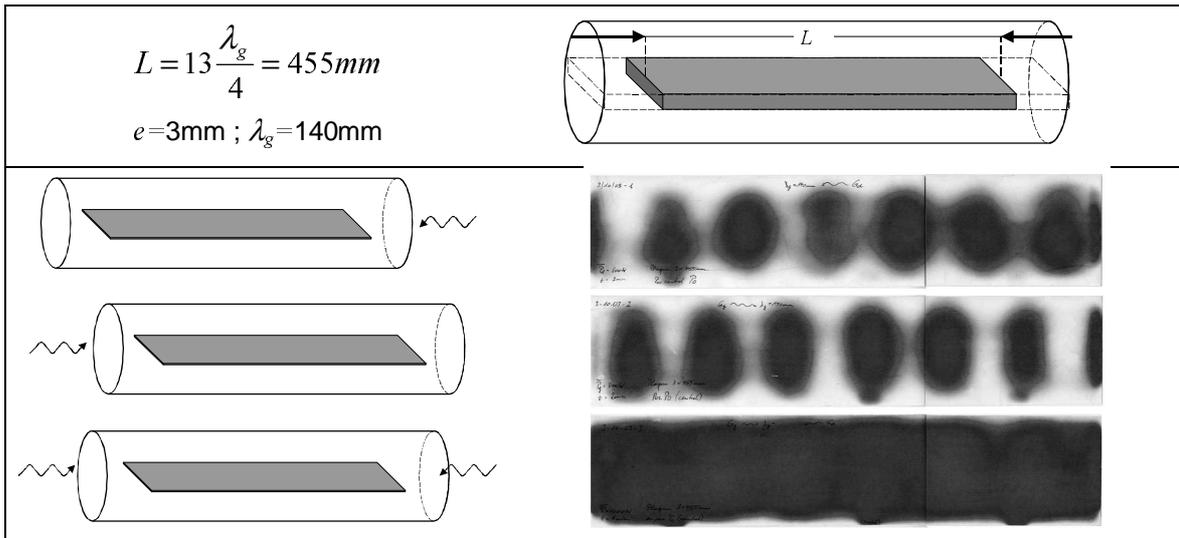


Figure 1.35 : Variation de la longueur de la plaque de silicone/verre : $13 \cdot \lambda_g/4 = 455 \text{ mm}$.

Ce résultat a été confirmé pour une épaisseur de diélectrique doublée (deux plaques de silicone/verre d'épaisseur 3mm). Dans ce cas, la longueur d'onde se réduit à 118mm. Ici, la longueur de $13 \cdot \lambda_g/4$ correspond donc à 383,5mm. La **Figure 1.36** ci-dessous montre que, sous ses conditions, on retrouve bien le déphasage de $\lambda_g/4$ et donc la complémentarité de deux ondes.

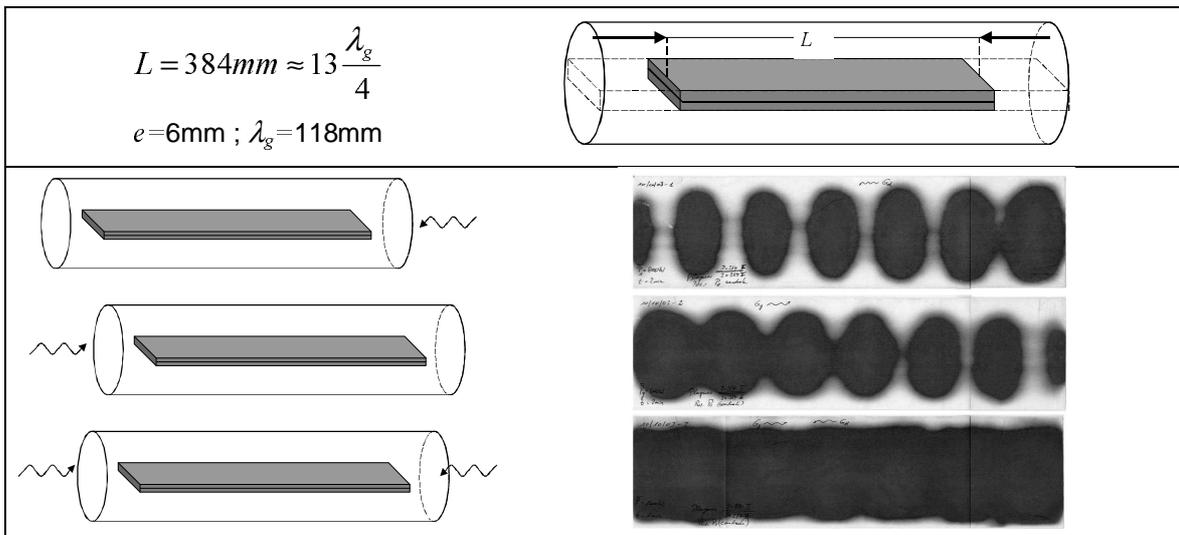


Figure 1.36 : Complémentarité des deux ondes stationnaires pour une charge d'épaisseur 6mm.

La deuxième approche proposée a pour but de réduire le taux d'ondes stationnaires par une modification des interfaces d'entrée et de sortie de l'objet. Plusieurs études précédentes [Out95, Hor66] ont montré que l'adaptation des interfaces par des biseaux entraîne une diminution considérable de la réflexion des ondes et, par ce biais, du taux d'ondes stationnaires. Grâce à l'adaptation des interfaces, la transition entre les parties vides et la partie chargée de l'applicateur est plus graduelle. Le *TOS* induit par une interface en biseau dépend notamment de la pente réalisée : plus la transition est lente, plus le régime d'ondes progressives est maintenu ($TOS \rightarrow 1$). La **Figure 1.37** montre le résultat des thermographies effectuées sur une plaque ($e = 6 \text{ mm}$, $L = 384 \text{ mm}$) adaptée de chaque côté par un biseau d'une longueur de 108mm.

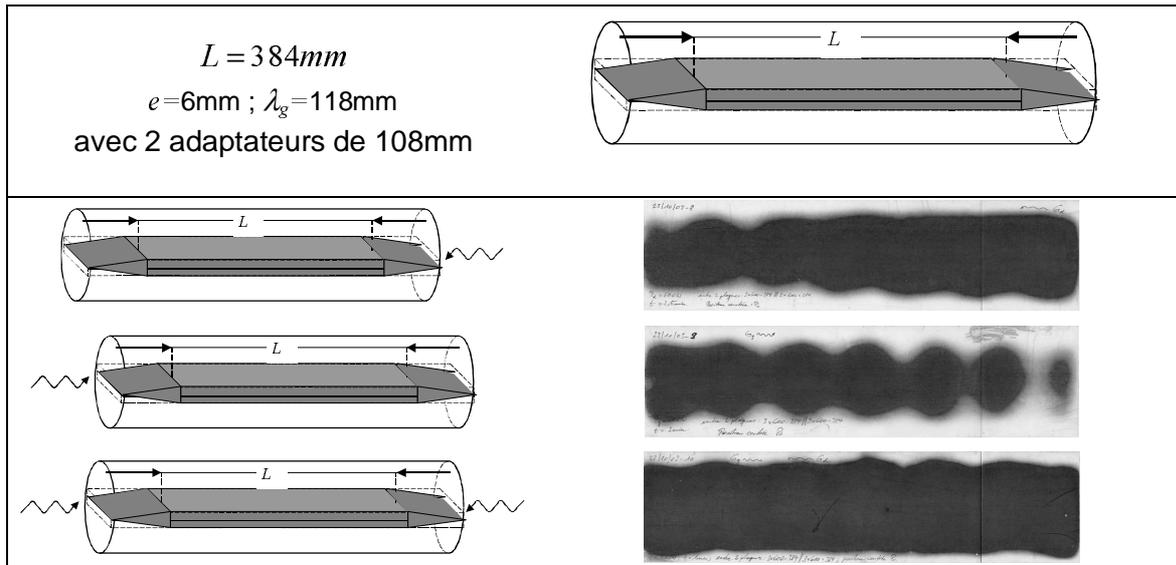


Figure 1.37 : Adaptation des interfaces de l'objet en forme de biseaux.

L'adaptation des objets permet donc de rapprocher le régime d'ondes généré au régime d'ondes progressives trouvé pour l'applicateur vide. Toutefois, le taux d'ondes stationnaires reste supérieur à 1. De plus, l'adaptation effectuée semble être plus efficace du côté droit que du côté gauche. C'est donc l'ensemble des deux approches (un choix convenable de la longueur de l'objet et l'adaptation des deux interfaces) qui conduit à une distribution optimisée du champ électrique et à un chauffage homogène de l'objet absorbant placé dans l'applicateur.

La thermographie et la thermométrie sont les deux moyens complémentaires de la calorimétrie. L'étude de paramètres effectuée confirme que la thermographie couvre une grande surface, mais ne donne accès qu'à une mesure relative. Par contre, la thermométrie fournit une mesure quantitative ; elle reste pourtant confinée à la position de la sonde de température utilisée. Les thermographies effectuées nous ont permis de déterminer l'influence des paramètres géométriques de la charge diélectrique sur la répartition du champ électrique au sein de l'applicateur. Par la suite de l'étude, les résultats obtenus nous serviront de base pour la conception du procédé d'élaboration par sources internes, notamment pour la conception du moule utilisé. Nous utiliserons alors la thermométrie pour optimiser le chauffage de la pièce de composite élaborée.

1.7 Mise au point du procédé d'élaboration

Après avoir analysé la distribution du champ électrique au sein de l'applicateur cylindrique, nous sommes en mesure d'aborder le procédé d'élaboration du stratifié tissé carbone/époxy (G803/914) à partir de plis préimprégnés. Nous rappelons que le procédé conventionnellement utilisé est un moulage au sac à vide en autoclave (paragraphe 1.2.4). Il s'agit de chauffer l'empilement de plis jusqu'à atteindre une température de 175°C pour effectuer la réticulation de la matrice époxy. Pour faciliter l'écoulement de la résine époxy avant que la réticulation intervienne, une pression élevée est appliquée tout au long du procédé. Le vide à l'intérieur du sac vient en aide au dégazage du composite élaboré.

Pour le procédé alternatif proposé dans le cadre de cette étude, nous avons envisagé d'effectuer le chauffage du composite par la création de sources de chaleur internes basée sur l'effet d'absorption des microondes. Pour pouvoir respecter le plus possible les paramètres d'élaboration (température et pression) du procédé classique, nous avons cherché à adapter la technique du moulage au sac aux contraintes de l'applicateur microonde utilisé.

Le point de départ de la mise en place du procédé était la conception d'un moule remplissant trois fonctions essentielles : définir la position du composite dans l'applicateur, déterminer la forme de la pièce élaborée et faciliter la pénétration des microondes dans la pièce. Ce moule sera ensuite inséré dans un sac à vide. Dans un premier temps, nous avons envisagé de fabriquer des plaques rectangulaires d'une longueur d'environ 250mm et d'une largeur de 50mm. Eu égard à l'analyse du comportement mécanique prévue par la suite, la taille des plaques devrait permettre de prélever plusieurs éprouvettes de traction (de taille standard) dans la même plaque. Pour obtenir une bonne comparabilité entre le stratifié élaboré et le matériau de référence (fourni par EADS) nous avons opté pour un empilement de huit plis (épaisseur 2,5mm).

L'outil de contrôle choisi pour cette partie de l'étude était la thermométrie : la mesure de température à plusieurs points de la pièce élaborée. Contrairement à la thermographie utilisée au paragraphe précédent, la thermométrie donne accès à une mesure quantitative, mais confinée à un ou plusieurs points de contrôle. L'optimisation du procédé consistait donc à réduire au minimum les différences de température relevées aux points de mesure sur la pièce élaborée.

Pour la conception du moule, nous nous sommes basés sur les résultats des thermographies présentées au paragraphe précédent. Nous avons opté pour un moule consistant en deux plaques de composite silicone/verre (VETRONITE Silicone 64020, épaisseur 3mm) constituant les deux coques du moule. Avec une longueur de 600mm et une largeur de 100mm, le moule couvre donc la totalité du plan médian horizontal de l'applicateur. Afin de réduire le taux d'ondes stationnaires, des adaptateurs en biseau ont été réalisés aux extrémités des deux plaques sur une longueur de 108mm. La partie droite restant entre les biseaux fait donc 384mm de long. Cette longueur correspond à $13\lambda_g/4$ compte tenu de la longueur d'onde de 118mm (à 2,45GHz) déterminée pour une charge d'épaisseur 6mm en silicone/verre (**Figure 1.30**). La **Figure 1.38** montre la géométrie du moule et sa position dans l'applicateur. Il est conçu pour respecter au maximum la symétrie du dispositif expérimental et la répartition du champ électrique dans l'applicateur pour le mode de propagation TE₁₁. Ainsi, la charge diélectrique se trouve dans le plan médian de l'applicateur où le champ électrique est maximum. Elle est orientée parallèlement aux lignes de champ. Les interfaces perpendiculaires à la direction principale de propagation sont adaptées par des biseaux pour faciliter la pénétration des ondes.

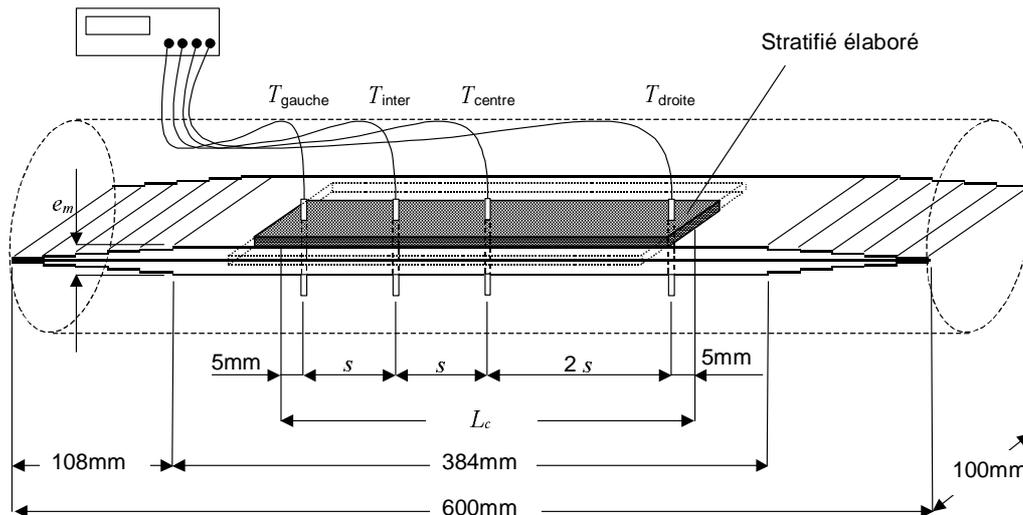


Figure 1.38 : Géométrie du moule utilisé – conception de base.

Les deux plaques de silicone/verre ont été creusées sur leur surface intérieure (enlèvement de plusieurs plis de silicone/verre) afin d'aménager un espace pour la pièce de composite élaborée. Ainsi, cette dernière est maintenue en position horizontale dans le plan médian du moule ; elle est centrée sur la longueur et le diamètre de l'applicateur. Le premier objectif était d'effectuer un chauffage homogène (uniforme entre le centre et les extrémités) du composite jusqu'à atteindre la température recommandée de réticulation de 175°C. Des perçages ont été apportés au moule pour positionner des sondes de température à quatre points du composite. Pour protéger les sondes de température du contact direct avec le composite, elles ont été insérées dans des tubes de quartz d'un diamètre de 3mm. Les positions des quatre sondes étaient alignées sur l'axe du cylindre. Les deux sondes aux extrémités de la pièce élaborée (T_{gauche} et T_{droite}) se trouvaient à une distance de 5mm des bords. Une troisième sonde (T_{centre}) était positionnée pour relever la température au centre et une quatrième sonde (T_{inter}) a été placée à une position intermédiaire entre T_{gauche} et T_{centre} . Dans un premier temps, nous avons choisi la température maximale mesurée comme paramètre de réglage de la puissance émise par les magnétrons.

1.7.1 Essais préliminaires

Pour commencer, nous avons eu recours à un matériau bien connu à partir de plusieurs travaux précédant le présent projet [Jao01, Out95] : les premières pièces élaborées consistaient en composite stratifié UD verre/époxy (matrice CIBA M10 renforcée par des nappes unidirectionnelles de fibres de verre E). Les caractéristiques diélectriques de ce matériau à 2,45GHz sont données au paragraphe 1.2 du présent chapitre. La plaque élaborée faisait 266mm de long et 50mm de large et consistait en un empilement de 4 plis ce qui donne une épaisseur de 2,8mm. Le composite était orienté en direction longitudinale de l'applicateur de manière à ce que les fibres soient orientées parallèlement à l'axe du cylindre. Nous avons appliqué un protocole de puissance incidente P_i à partir de 2*60W avec une montée en étapes (en fonction de la température atteinte) jusqu'à 2*140W. La **Figure 1.39** montre l'enregistrement des quatre températures mesurées. Le redressement des courbes autour de 120°C témoigne de l'apport de chaleur dû à l'exothermie de la réaction de réticulation. De plus, nous trouvons une distribution de température typique du chauffage par sources internes : la température maximale se trouve au centre (T_{centre}) de la pièce ; elle est suivie par la position intermédiaire (T_{inter}). Les minimums de température se situent sur les bords où les échanges de chaleur avec l'entourage sont les plus importants (T_{gauche} et T_{droite}).

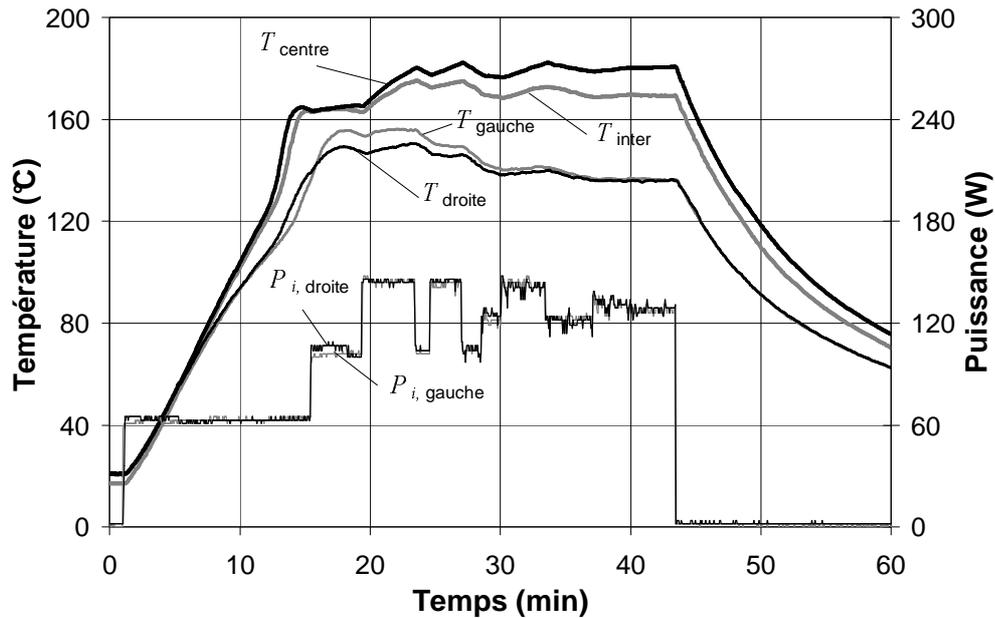


Figure 1.39 : Elaboration d'un stratifié UD verre/époxy (verre E/CIBA M10), 4 plis (épaisseur 2,8mm) – plaque de 266mm*50mm.

L'élaboration du stratifié verre/époxy nous a permis de valider de manière générale le dispositif expérimental utilisé. Ensuite, nous avons appliqué le même protocole expérimental à un composite stratifié unidirectionnel carbone/époxy T300/914 : ce matériau est composé de la même matrice et des mêmes fibres que le stratifié tissé G803/914 de notre étude. Toutefois, le renfort du stratifié utilisé ici est une nappe unidirectionnelle de fibres de carbone T300. L'empilement effectué consistait en 11 plis orientés dans la même direction ce qui conduit à une épaisseur de 1,5mm. Comme pour le composite verre/époxy élaboré auparavant, le renfort a été orienté selon la direction longitudinale de l'applicateur et donc perpendiculairement au champ électrique (mode TE11) pour éviter le plus possible le chauffage des fibres (conductrices) par effet Joule.

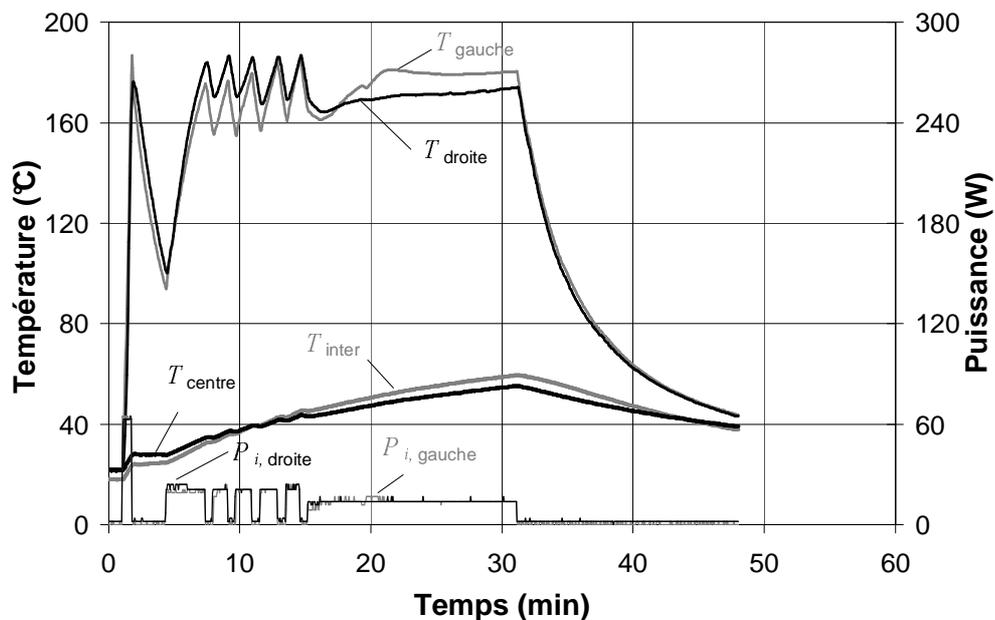


Figure 1.40 : Premier essai sur un stratifié UD carbone/époxy (T300/914), 11 plis (épaisseur 1,5mm) – plaque de 266mm*50mm.

Le résultat obtenu (**Figure 1.40**) doit être interprété comme suit : au cours des premières secondes suivant la mise en marche des magnétrons, les températures T_{gauche} et T_{droite} ont subi une montée rapide jusqu'à dépasser la température de consigne (175°C). Il a fallu baisser la puissance incidente afin d'éviter la dégradation du matériau. En même temps, les deux températures intérieures T_{inter} et T_{centre} sont restées très basses : la différence de température entre les bords et le centre (après la stabilisation des températures T_{gauche} et T_{droite}) est supérieure à 120°C. Rappelons que, dans le présent cas, l'orientation du composite avait déjà été choisie pour réduire à un strict minimum l'influence des fibres de carbone sur la caractéristique de pertes équivalente ϵ_e'' du composite.

Une fois de plus, cet essai nous a montré la contribution importante des fibres de carbone aux caractéristiques diélectriques du matériau. Le résultat obtenu confirme que, grâce à la conductivité des fibres, le stratifié carbone/époxy est un matériau absorbant fortement l'énergie des ondes (voir le résultat des caractérisations, **Figure 1.8**). La propagation des ondes est donc soumise à une forte atténuation (un coefficient α élevé) ce qui est équivalent à une petite profondeur de pénétration des ondes dans le composite : on ne voit l'effet d'échauffement que sur les premiers millimètres de la pièce élaborée. Dans le présent essai, hormis des bords qui portait des traces noires de surchauffe, la plus grande partie la pièce élaborée restait non réticulée.

1.7.2 Mise au point de la constitution du moule

A partir de ces premiers résultats, la conception du moule a été révisée. Pour l'élaboration du stratifié tissé carbone/époxy G803/914 (le matériau de notre étude), les deux coques ont été renforcées par une épaisseur supplémentaire de 3mm de silicone/verre. Ceci a porté l'épaisseur au centre du moule à 12mm. Afin d'éviter que le taux d'ondes stationnaires soit augmenté en raison de la grande épaisseur de diélectrique, nous avons allongé les adaptateurs en biseau à 231mm aux deux extrémités du moule. (**Figure 1.41**)

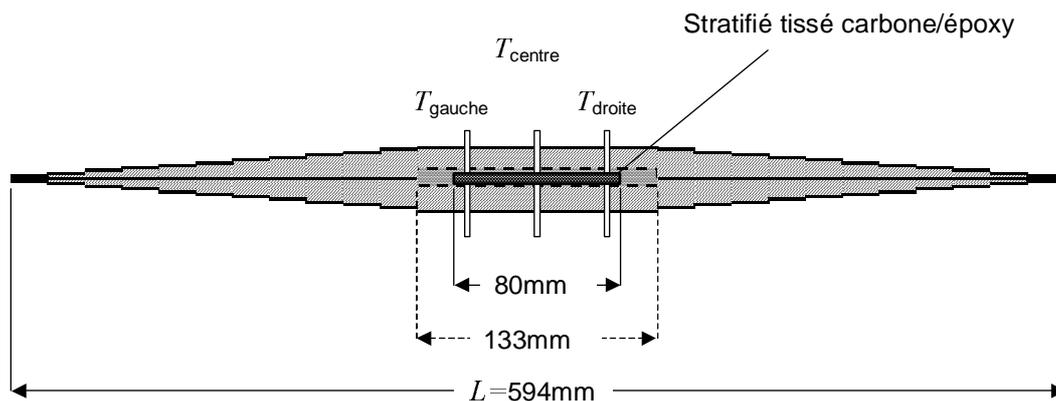


Figure 1.41 : Moule modifié pour l'élaboration du stratifié tissé carbone/époxy.

Pour le stratifié tissé, le point de départ était une plaque avec une épaisseur de 0,3mm ce qui revient à un seul pli. Afin d'éviter que les fibres de carbone soient orientées parallèlement au vecteur de champ électrique, le tissu de carbone a été orienté à un angle de 45° par rapport à l'axe de l'applicateur (et par rapport au champ électrique). De plus, le protocole d'incrémentement de puissance appliquée a été modifié par rapport aux premiers essais : la puissance initiale a été diminuée à 20W et le pas de montée à +10W. Pour tenir compte de la petite profondeur de pénétration, les dimensions du composite élaboré ont été successivement diminuées : d'abord, la

longueur a été réduite à 133mm (en conservant la largeur de 50mm) ; ensuite, une nouvelle réduction l'a portée à 80mm pour une largeur de 25mm. Cette mesure a ramené le nombre des sondes de température à trois : deux sondes positionnées à 5mm des deux bords (T_{droite} et T_{gauche}) et une sonde au centre de la plaque (T_{centre}). La **Figure 1.42** montre la forte influence de la taille de l'éprouvette sur l'élévation de la température au centre de la plaque : avec T_{centre} dépassant la valeur de 100°C, le traitement de la plaque de 80mm*25mm a fourni un premier résultat encourageant. L'ensemble de ces mesures a donc conduit à une amélioration de l'élévation de température au centre de la pièce élaborée.

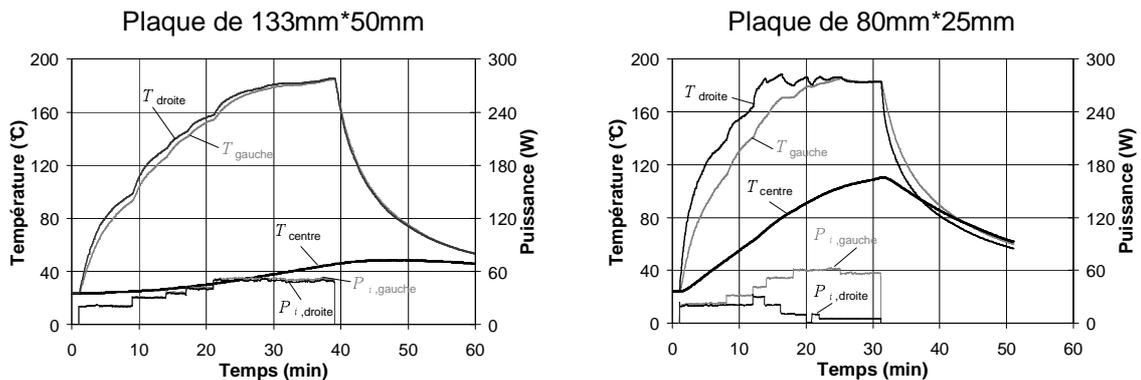


Figure 1.42 : Montées de température obtenues pour deux plaques de tailles différentes ; stratifié tissé carbone/époxy G803/914 ; épaisseur 0,3mm (1pli).

Par la suite, nous avons cherché à équilibrer davantage la distribution de température entre le centre et les bords de la plaque. Etant donné que le stratifié élaboré est un matériau très absorbant, les ondes subissent une forte atténuation. Eu égard au fait que les éléments du moule sont de la taille de la longueur d'onde, l'ensemble de la charge diélectrique se comporte de façon unique par rapport à l'onde incidente. Le coefficient d'atténuation α intervenant est donc une valeur résultante tenant compte de tous les éléments de la charge diélectrique : l'objet chauffé (le stratifié carbone/époxy) et tout ce qui l'entoure (les coques du moule et l'air). On peut donc modifier l'atténuation des ondes en modifiant les dimensions et les matériaux de tous les éléments constituant le moule.

Pour réduire l'atténuation, on cherche à renforcer le champ électrique dans les couches diélectriques situées en dehors du plan médian du moule (plan du stratifié). Suivant cette approche, des plaques d'alumine (Al_2O_3) d'une épaisseur de 4,2mm, avec une longueur et une largeur égales à 96mm, ont été ajoutées aux surfaces extérieures du moule (**Figure 1.43**).

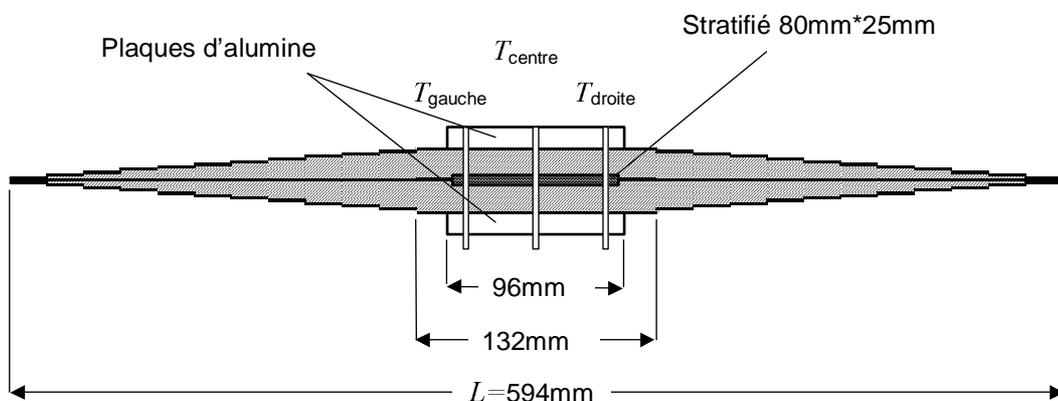


Figure 1.43 : Moule équipé des ajouts d'alumine (Al_2O_3) à son extérieur.

L'alumine dispose d'une permittivité élevée et d'une caractéristique de pertes relativement faible ($\epsilon' = 8,9 \cdot \epsilon_0$; $\epsilon'' = 0,01 \cdot \epsilon_0$ à $f = 3\text{GHz}$, $T = 25^\circ\text{C}$) [Met83]. Au sein des plaques d'alumine, l'intensité du champ électrique est donc particulièrement forte tandis que la dissipation d'énergie est relativement faible. La répartition du champ électrique dans un applicateur chargé par plusieurs couches de matériaux diélectriques a été décrite par Outifa [Out97] et Jao-Jules [Jao01]. Ces auteurs ont montré que l'intensité du champ atteint un maximum dans les couches disposant de la permittivité la plus élevée. Nous nous sommes basés sur ces travaux pour représenter de manière qualitative la répartition du champ dans la section de l'applicateur partiellement chargé par le moule avec et sans les plaques d'alumine. (**Figure 1.44**)

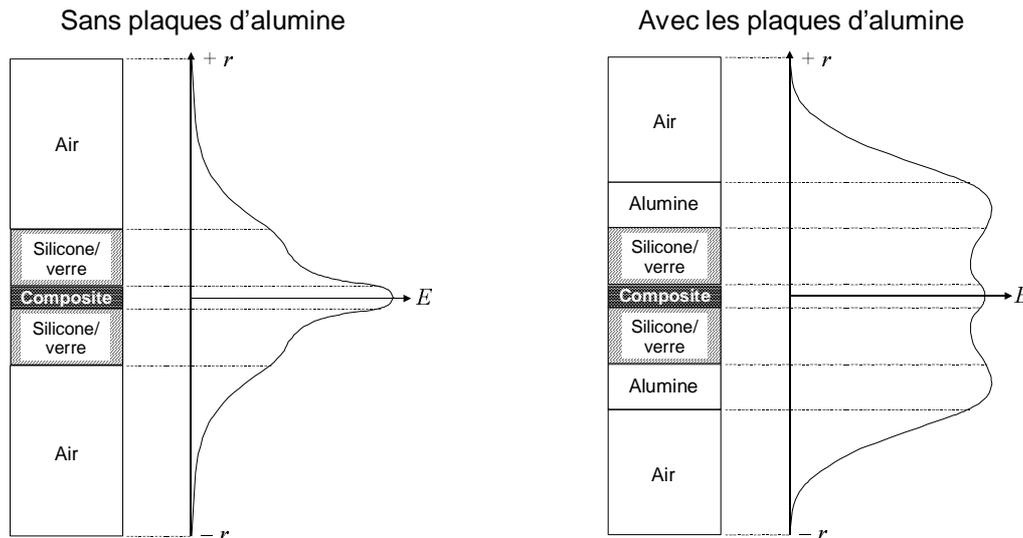


Figure 1.44 : Répartition du champ électrique sur la section de l'applicateur chargé de plusieurs couches de matériaux diélectriques (représentation qualitative).

Les courbes de température obtenues quand le moule est équipé des ajouts d'alumine montrent l'effet de la mesure prise : la température au centre de la plaque évolue de manière comparable à celles aux bords et atteint une valeur d'environ 160°C (**Figure 1.45**). Ce résultat confirme que la présence des plaques d'alumine réduit la valeur résultante de α pour l'ensemble de la charge. On constate également que les trois températures répondent au protocole de puissance appliquée par un redressement des courbes aux moments où la puissance incidente augmente. Ceci indique que, même au centre de l'éprouvette, l'élévation de la température est effectivement due à une absorption directe des ondes et non pas uniquement à la diffusion de chaleur. Il reste pourtant un écart d'environ 25°C en fin de montée entre la température du centre et celles des bords.

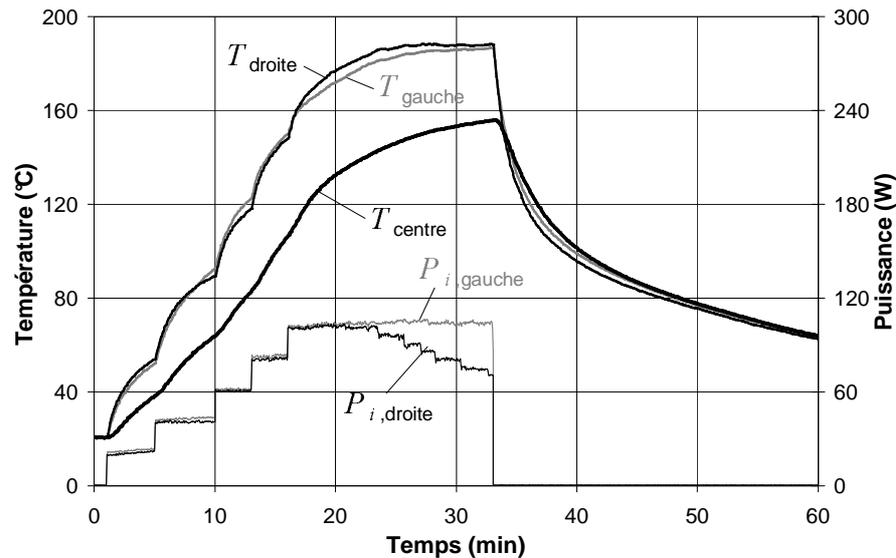


Figure 1.45 : Montée en température : 1 pli tissé carbone/époxy G803/914 (épaisseur 0,3mm), plaque 80mm*25mm ; ajouts en alumine (Al_2O_3 , épaisseur 4,2mm) à l'extérieur du moule.

Ces résultats montrent que la modification de la répartition du champ électrique permet d'améliorer considérablement l'uniformité du chauffage. Par la suite, nous avons cherché à développer davantage la même approche : tandis que les plaques d'alumine entraînent une intensification du champ électrique dans les couches éloignées du composite, nous avons ensuite cherché à réduire l'amplitude du champ électrique en son voisinage immédiat. Une réduction de l'intensité du champ électrique dans le plan médian du moule (le plan du composite) peut être obtenue en entourant le composite par un milieu à faible permittivité. Comme les deux effets de chauffage considérés (l'effet d'hystérésis diélectrique ainsi que l'effet Joule) dépendent de l'intensité du champ électrique, la diminution de E conduit à une plus faible dissipation d'énergie dans le composite (équation (1.94)). Basée sur la même approche, cette mesure est donc complémentaire à la précédente. (**Figure 1.46**)

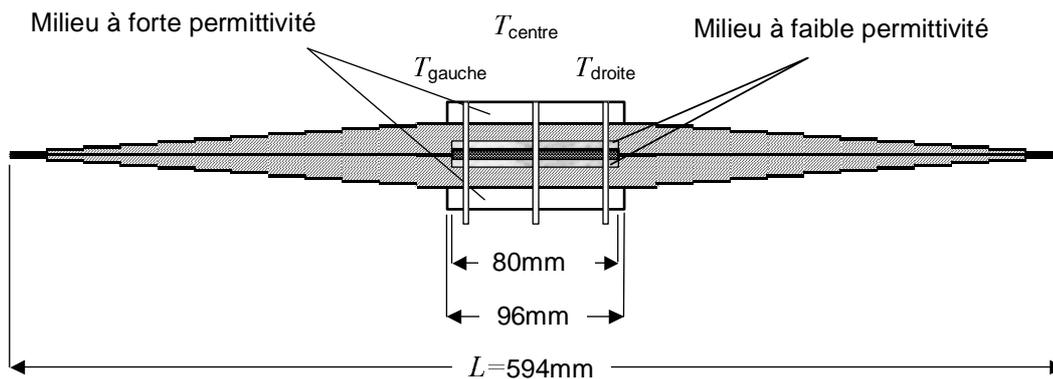


Figure 1.46 : Couches à l'intérieur du moule : plaques de téflon ou feutre de drainage.

Nous avons considéré deux matériaux disposant d'une permittivité particulièrement faible : le téflon (PTFE) et un feutre de polyester (Airbleed AB10060). Disposant d'une permittivité ϵ' de $2,1 \cdot \epsilon_0$ et d'une caractéristique de pertes ϵ'' de $0,0003 \cdot \epsilon_0$ à $f=3\text{GHz}$ et $T=22^\circ\text{C}$ [Met83], le téflon figure parmi les solides disposant des permittivités les plus faibles [Gar84]. Des plaques de téflon d'une épaisseur de 1mm ont donc été placées au-dessus et en dessous du composite, tout en

conservant les plaques d'alumine à l'extérieur du moule. La **Figure 1.47** montre que, grâce à ces conditions, la montée de la température T_{centre} a pu être encore davantage améliorée.

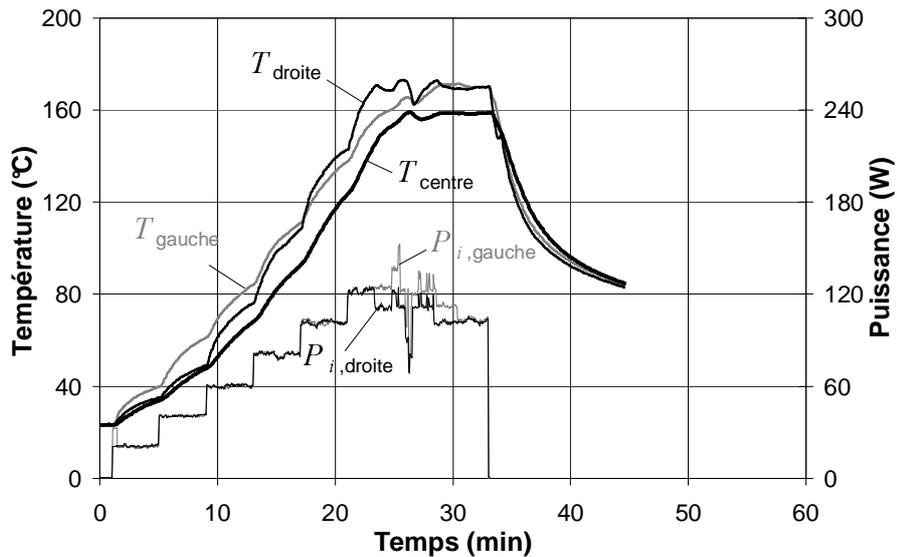


Figure 1.47 : Montée en température : carbone/époxy (G803/914) 4 plis, plaque de 80mm*25mm ; à l'intérieur : plaques de téflon (1mm) ; à l'extérieur du moule : plaques d'alumine.

Le deuxième matériau à faible permittivité, le feutre de polyester, sert de feutre de drainage pour la technique du moulage au sac. Il a pour fonction d'absorber l'excédent de résine dégagé par le composite pendant la phase d'écoulement de la matrice précédant la polymérisation. Selon Metaxas [Met83], les propriétés diélectriques du polyester à $f=1\text{GHz}$ et $T=20^\circ\text{C}$ sont $\epsilon' = 2,2 \cdot \epsilon_0$ et $\epsilon'' = 0,0088 \cdot \epsilon_0$. Par sa nature, le feutre est une matière à très faible densité : les fibres le constituant n'occupent qu'une partie du volume, le reste étant constitué d'air. Nous pouvons donc supposer que les caractéristiques diélectriques du feutre restent considérablement en dessous des caractéristiques du polyester (déjà peu élevées). Comme les plaques de téflon, le feutre entraîne une diminution de l'intensité du champ électrique dans le plan du composite. En même temps, le feutre est un bon isolateur thermique. Il réduit donc les pertes de chaleur du composite vers les parois du moule.

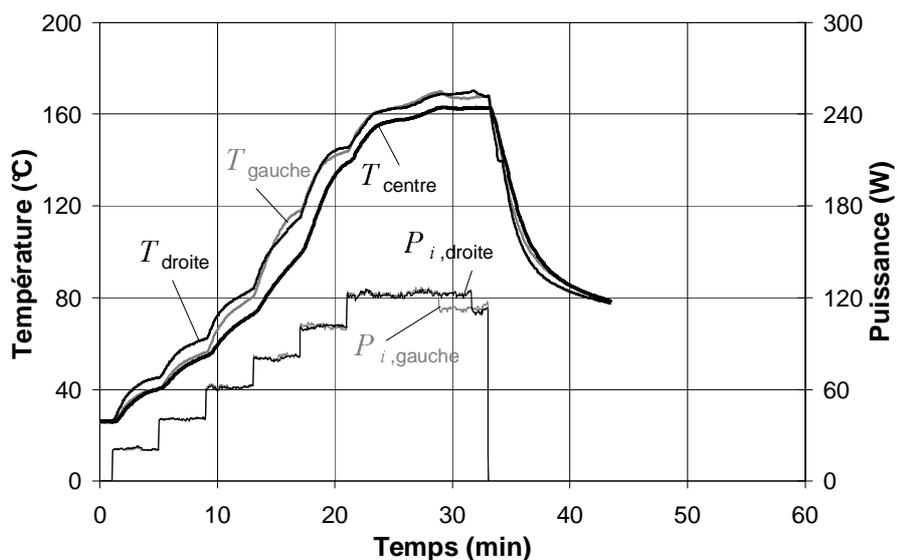


Figure 1.48 : Montée en température : carbone/époxy (G803/914) 4 plis, plaque de 80mm*25mm ; à l'intérieur : feutres de polyester (1 couche) ; à l'extérieur du moule : plaques d'alumine.

Les courbes montrées par la **Figure 1.48** sont issues d'un essai sur un composite de 4 plis avec les couches de feutre à l'intérieur et les plaques d'alumine à l'extérieur du moule. Le chauffage effectué est caractérisé par une bonne uniformité entre les trois températures relevées avec un ΔT inférieur à 20°C. Pour le procédé d'élaboration mise en place, le feutre de drainage a été retenu puisqu'il remplit trois fonctions en même temps : il contribue à la répartition du champ électrique, il sert d'isolateur thermique pour le composite et il absorbe l'excédent de résine.

Par la suite, le nombre de plis préimprégnés a été successivement augmenté pour arriver à huit plis (épaisseur 2,5mm) ce qui correspond à la configuration du matériau de référence fourni par EADS (voir paragraphe 1.2). En même temps, l'épaisseur des ajouts d'alumine et le nombre de feutres de drainage ont été augmentés jusqu'à atteindre un optimum en termes de distribution de température. Cette démarche empirique a porté l'épaisseur d'alumine à 6,4mm et le nombre de feutres à 6.

En ce qui concerne le feutre de drainage, notre choix a été guidé par un deuxième aspect important : celui de la pression appliquée sur le composite au cours du procédé. Nous rappelons que, dans le cas du procédé classique, le composite est soumis à une pression de 7 bars (pression à l'intérieur de l'autoclave) tout au long du procédé. Or, l'applicateur microonde utilisé ne peut pas être mis sous pression intérieure. Dans notre cas, la pression doit être générée par l'effort de fermeture du moule. Comme le feutre est compressible, une surépaisseur de feutre à l'intérieur du moule permet de transmettre l'effort de fermeture du moule au composite élaboré. C'est pour cela que nous avons choisi de mettre 6 couches de feutre au-dessus et en dessous du composite élaboré. La **Figure 1.49** montre la configuration complète du moule utilisée pour élaborer une plaque de 8 plis tissés de stratifié carbone/époxy (80mm*25mm*2,5mm).

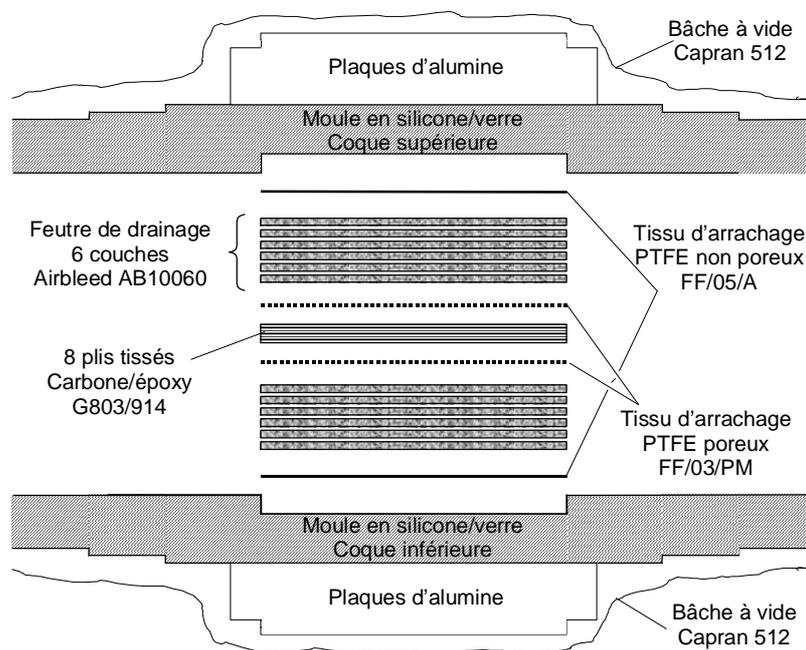


Figure 1.49 : Constitution du moule retenue pour l'élaboration d'un stratifié de 8 plis tissés.

Le procédé conçu prévoit l'insertion du moule complet dans une bâche de polyamide (Nylon 6, CAPRAN 512) qui est ensuite fermée hermétiquement par un soude-sac. L'air est extrait de l'intérieur du sac (et du moule) par une trompe à eau pour arriver à une pression d'environ 0,03 bar (20 mmHg). Ainsi, la pression atmosphérique exerce un effort de serrage sur les deux coques du moule.

1.7.3 Définition et reproductibilité du protocole expérimental

Lors des essais effectués pour la mise au point du moule et de l'empilement des matériaux, le pilotage consistait, a priori, en un réglage de la puissance incidente en fonction des températures relevées sur la plaquette de stratifié élaborée. Or, pour des raisons d'étanchéité, le relevé de température n'est plus faisable lorsque le moule se trouve dans le sac à vide. Il a donc fallu s'affranchir de la température mesurée comme paramètre de réglage. Toutefois, les mesures des puissances incidentes et des puissances réfléchies/transmises restent disponibles. Pour pouvoir appliquer un protocole en termes de puissance, il était nécessaire de déterminer la relation entre la puissance, le temps et la température atteinte. Un aspect important pour la fiabilité du procédé a été la reproductibilité de la montée en température $T(t)$ générée par un protocole de puissance $P(t)$ donné.

La reproductibilité des courbes de température est pourtant limitée par le fait que la répartition du champ électrique dépend d'un grand nombre de paramètres. Par conséquent, la montée en température est sensible à des petites variations de la composition de la charge diélectrique : la position, l'épaisseur et l'orientation non seulement du composite, mais de tous les éléments du moule. La température initiale du composite s'est avérée être également un paramètre important et ceci pour deux raisons : d'abord, en termes de bilan d'énergie, la température initiale définit la quantité de chaleur q à apporter pour atteindre la température de consigne ($q = c_p \Delta T$). En même temps, elle influe sur la caractéristique de pertes ε'' du matériau. Etant donné que la caractéristique ε'' du stratifié augmente avec la température, le matériau absorbe d'autant mieux l'énergie des ondes que sa température est plus élevée. Une température initiale plus élevée entraîne donc une montée plus rapide. En outre, comme il s'agit d'un procédé de chauffage par sources internes, la température finale du composite n'est pas imposée par l'entourage et dépend d'autant de paramètres que la montée en température. Une absorption excessive des ondes par le composite entraîne donc une montée rapide et conduit à la surchauffe et à la dégradation du composite.

La **Figure 1.50** juxtapose les résultats de deux cycles de chauffage effectués dans les mêmes conditions en termes de charge diélectrique (éléments de moule et composite). Les graphiques en haut de la figure montrent une différence considérable (jusqu'à 40°C) des températures finales atteintes malgré le fait que le protocole de puissance (incidente) appliqué soit identique dans les deux cas. Le redressement des courbes dû à l'exothermie de réticulation (à $t=30\text{min}$, $T \approx 120^\circ\text{C}$) est plus prononcé sur le graphique de gauche.

Pour mieux appréhender les phénomènes conduisant à ces différences, nous avons estimé la puissance absorbée et le coefficient d'atténuation à partir des puissances mesurées sur les wattmètres. En faisant fonctionner un seul des deux générateurs à la fois, nous avons vérifié que, grâce à l'adaptation des interfaces du moule (biseaux), la puissance réfléchi est de l'ordre de 2% de la puissance incidente. Elle peut donc être considérée comme négligeable et nous pouvons calculer la puissance absorbée en soustrayant la puissance transmise mesurée en aval de l'applicateur de la puissance incidente mesurée en amont. Cette approximation nous permet de déterminer la puissance absorbée P_{abs} également lorsque les deux générateurs fonctionnent en alternance.

$$P_{abs, g \rightarrow d} = P_{i, gauche} - P_{t, droite} \quad (1.97)$$

$$P_{abs, d \rightarrow g} = P_{i, droite} - P_{t, gauche} \quad (1.98)$$

Ici, P_{abs} désigne la puissance absorbée, P_i la puissance incidente et P_t la puissance transmise. Les indices $g \rightarrow d$ et $d \rightarrow g$ distinguent les deux trains d'ondes selon leur direction de propagation (« de gauche à droite » et « de droite à gauche » respectivement).

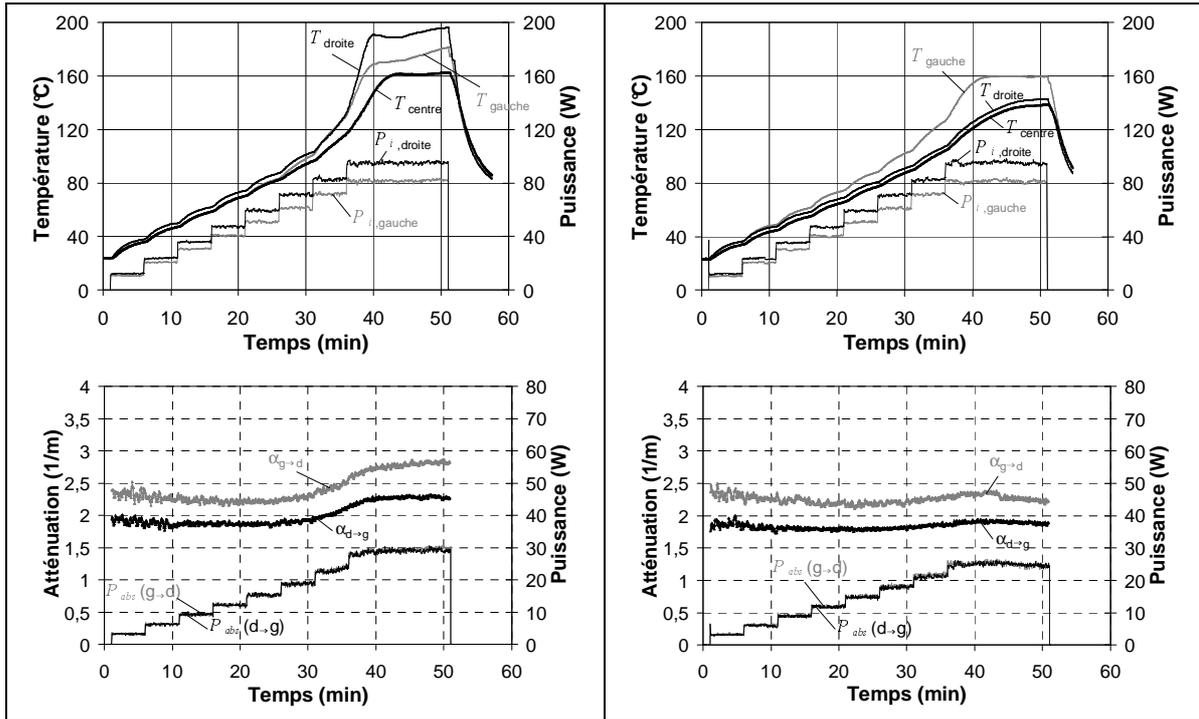


Figure 1.50 : Différence en puissance absorbée pour un même protocole en puissance incidente, carbone/époxy (G803/914), 8 plis, plaque de 80mm*25mm*2,5mm.

La même approche nous permet de déterminer le coefficient d'atténuation α selon la direction de propagation des ondes à partir des puissances (incidentes et transmises) mesurées. Rappelons que, pour un coefficient d'atténuation α donné, la diminution de la puissance transportée par les ondes en direction longitudinale de l'applicateur (direction z) suit l'expression exponentielle

$$P(z) = P_i e^{-2\alpha z} \quad (1.99)$$

Comme le composite dispose d'une caractéristique de pertes largement supérieure à celles des autres matériaux du moule, nous le considérons ici comme étant le seul objet absorbant de la charge. Sous ces conditions, la distance d'atténuation des ondes est égale à la longueur du composite $L_c=80\text{mm}$. En introduisant $P(z=L_c)=P_t$ dans l'équation (1.99), nous pouvons donc déterminer le coefficient d'absorption α selon les deux directions de propagation :

$$\alpha_{g \rightarrow d} = -\frac{1}{2L_c} \ln \frac{P_{t,droite}}{P_{i,gauche}} \quad (\text{onde se propageant de gauche à droite}) \quad (1.100)$$

$$\alpha_{d \rightarrow g} = -\frac{1}{2L_c} \ln \frac{P_{t,gauche}}{P_{i,droite}} \quad (\text{onde se propageant de droite à gauche}) \quad (1.101)$$

Les évolutions des puissances absorbées et des coefficients d'atténuation ainsi déterminés sont représentées par la partie inférieure de la **Figure 1.50**. D'abord, on constate que les niveaux de puissance absorbée ne sont pas identiques dans les deux cas. Pour le premier essai (graphiques de gauche) les valeurs de P_{abs} atteintes sont plus élevées notamment en deuxième partie du cycle. Dans ce même cas, les deux coefficients d'atténuation augmentent au moment du pic exothermique (à partir de $t=30\text{min}$), tandis que, dans l'autre cas (graphique de droite), les coefficients α restent relativement constants tout au long du cycle. L'augmentation du coefficient d'atténuation peut être attribuée soit à la croissance de la caractéristique de pertes en fonction de la température (**Figure 1.7**) soit à une évolution de la répartition du champ électrique. Cette dernière pourrait être due, par exemple, à l'aplatissement du feutre de drainage sous l'effet de la pression et de la chaleur. On remarque également que, tout au long des deux cycles, les valeurs

de α sont différentes selon les directions de propagation ($\alpha_{g \rightarrow d} \neq \alpha_{d \rightarrow g}$). Par contre, leurs évolutions au cours du cycle sont relativement bien parallèles.

Nous pouvons donc conclure que la différence en température entre les deux essais s'explique par une différence des caractéristiques d'absorption. Comme les caractéristiques d'absorption sont difficiles à maîtriser et susceptibles d'évoluer au cours du cycle, nous avons cherché à les prendre en compte dans le protocole expérimental. Nous avons donc choisi de piloter la montée en température en fonction des puissances absorbées P_{abs} estimées à partir des puissances mesurées (équations (1.97) et (1.98)). Si le composite peut être considéré comme le seul objet absorbant, il y a un lien direct entre la puissance absorbée et la montée en température.

Le protocole ainsi retenu pour élaborer une plaque de composite des dimensions 80mm*25mm et d'une épaisseur de 2,5mm (8 plis) prévoit une montée en puissance absorbée à partir d'une valeur initiale de 3,3W. La puissance P_{abs} est ensuite augmentée toutes les 5min successivement aux valeurs de 6,2W, 9,3W, 12,2W, 15,3W, 18,8W, 23,0W et finalement 28,8W. Ceci résulte en une montée de 40min pour atteindre une température autour de 175°C, la température de consigne. La dernière valeur de P_{abs} (28,8W) est ensuite maintenue pendant 10min avant que les magnétrons soient arrêtés et le refroidissement du composite commence.

La **Figure 1.51** montre que, grâce à ce protocole en P_{abs} asservie, la fiabilité de la montée en température a été considérablement améliorée par rapport aux essais précédents. Il y reste pourtant une incertitude au moment du pic exothermique : on observe une séparation des courbes autour de $t=30$ min.

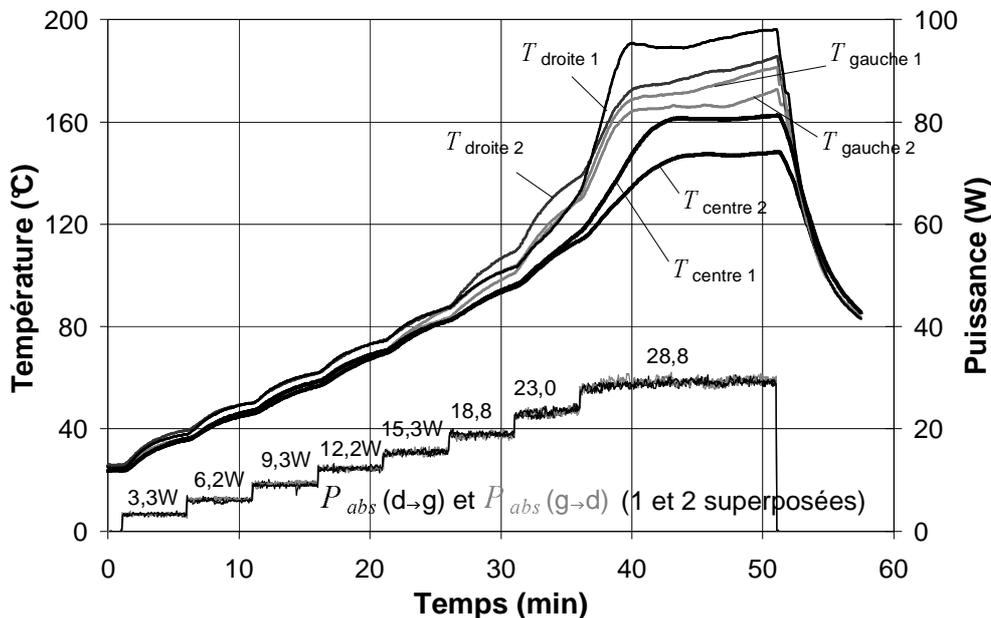


Figure 1.51 : Reproductibilité de la montée en température grâce au protocole en P_{abs} asservie ; carbone/époxy (G803/914), 8 plis, plaque de 80mm*25mm*2,5mm.

Le protocole mis en place peut être adapté pour réaliser un palier de température (30 ou 60 min autour de 80°C) afin de permettre l'écoulement de la résine. Ce dernier est important afin d'atteindre une bonne adhésion entre les plis. Une montée trop rapide peut entraîner une réticulation précoce empêchant la matrice de se répartir au sein de l'empilement. Ceci conduit à la formation de pores à une qualité insatisfaisante des interfaces entre les plis.

Pour ce faire, la montée est interrompue au bout de la deuxième étape : à partir de $t=10\text{min}$, la puissance absorbée de $6,2\text{W}$ est maintenue pendant la durée du palier. A l'issue du palier, le protocole en P_{abs} est continué comme dans le cas du protocole de base. Pendant ce palier, la température du composite continue pourtant à augmenter. On observe une tendance à stabiliser indiquant que le système atteint un équilibre entre les sources internes de chaleur et les échanges de chaleur avec l'extérieur. Il est donc essentiel que la température initiale du palier ne soit pas trop élevée pour éviter l'emballement de la réaction de réticulation pendant la phase de maintien. (Figure 1.52)

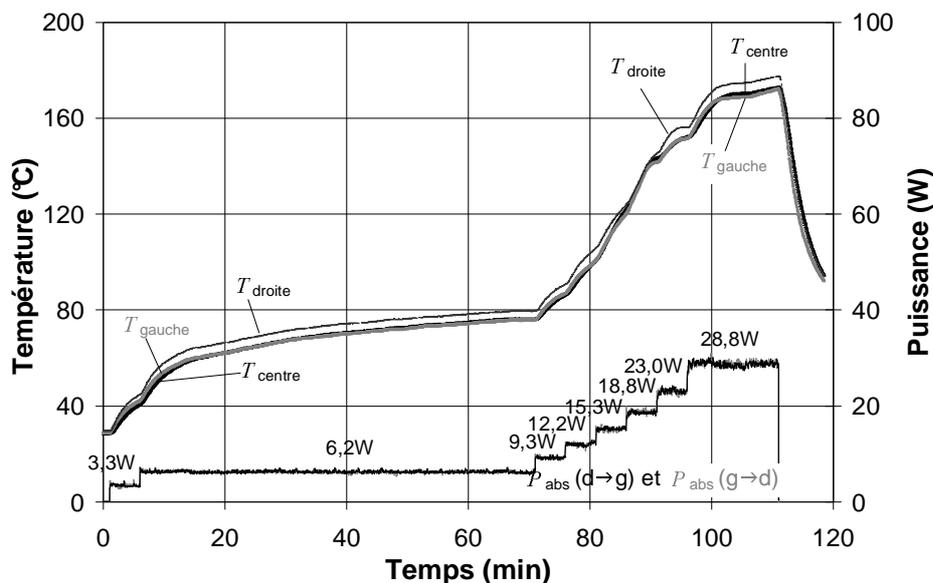


Figure 1.52 : Cycle de chauffage avec palier de 60min ; carbone/époxy (G803/914), 8 plis, plaque de $80\text{mm} \times 25\text{mm} \times 2,5\text{mm}$.

A l'issue du procédé, le paramètre d'atténuation est calculé selon les équations (1.100) et (1.101) à partir des enregistrements des puissances incidentes et transmises mesurées (Figure 1.53). Il nous sert de paramètre de contrôle du procédé réalisé, notamment lors d'un moulage au sac.

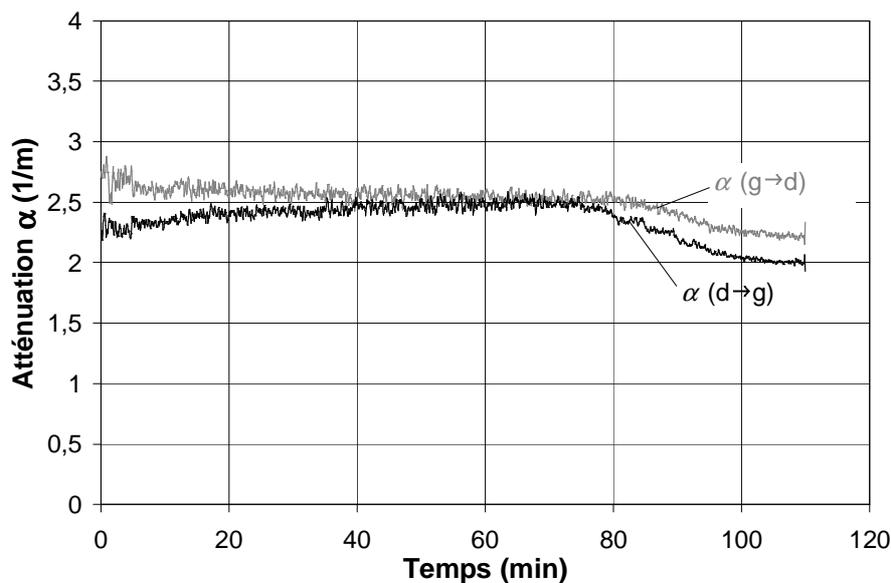


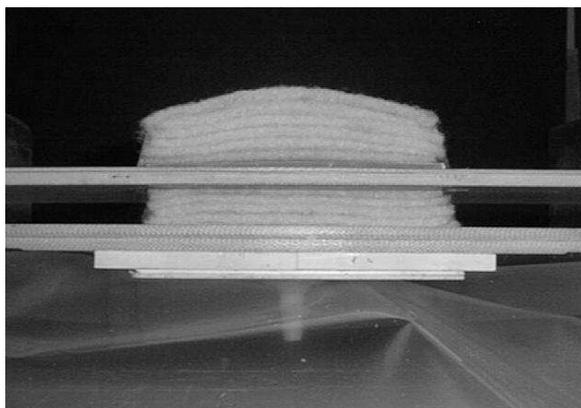
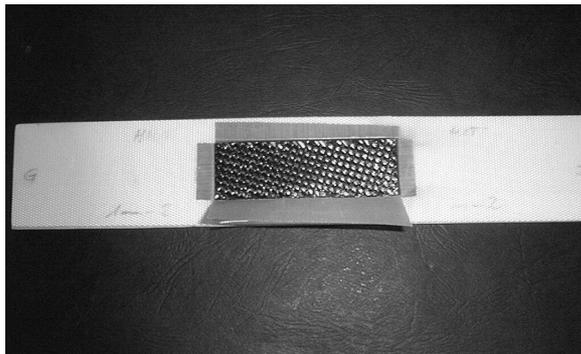
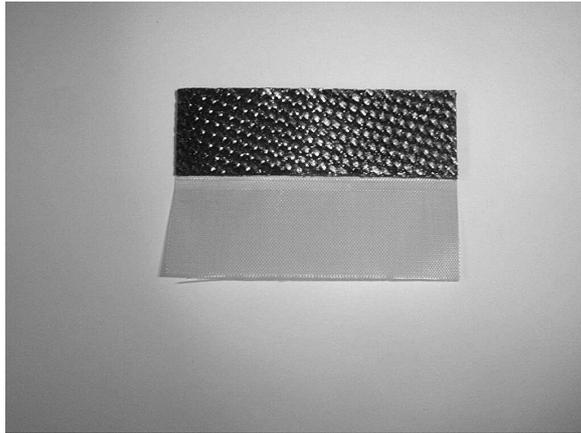
Figure 1.53 : Paramètre d'atténuation α calculé à partir des puissances P_i et P_t mesurées.

1.7.4 La démarche expérimentale du procédé d'élaboration

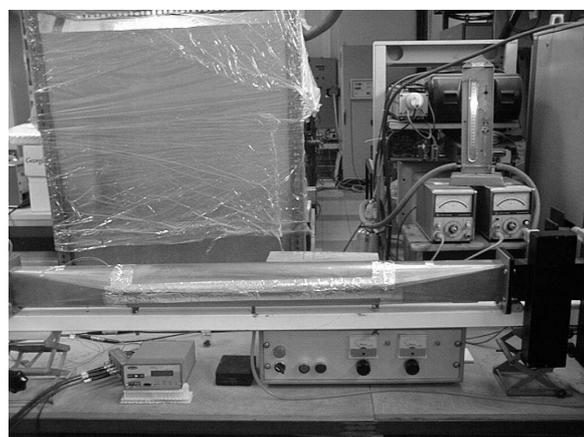
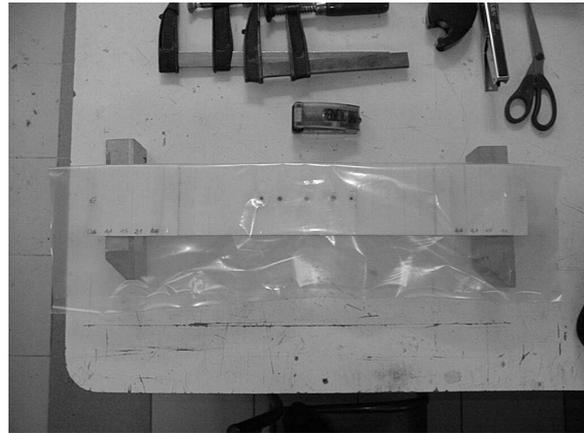
La démarche expérimentale complète du procédé d'élaboration mis en oeuvre est illustrée ci-dessous.

D'abord, un ajutage est collé sur la bâche à vide par du silicone. Il est important d'assurer l'étanchéité du collage. Ensuite, les étapes de préparation du procédé dans l'ordre chronologique sont les suivantes :

1. 8 plis rectangulaires (80mm*25mm) sont découpés au cutter dans la nappe de préimprégné de manière à ce que le tissu de renfort est orienté à 45° par rapport aux bords du pli.
2. Les plis sont empilés et insérés dans une « chemise » de tissu de PTFE poreux.
3. Le stratifié empilé est placé dans un porte-échantillon (une plaque en silicone/verre).
4. Mise en place des 6 couches de feutre de polyester (80mm*25mm) au-dessus et en dessous du composite.
5. L'ensemble est introduit dans le moule.

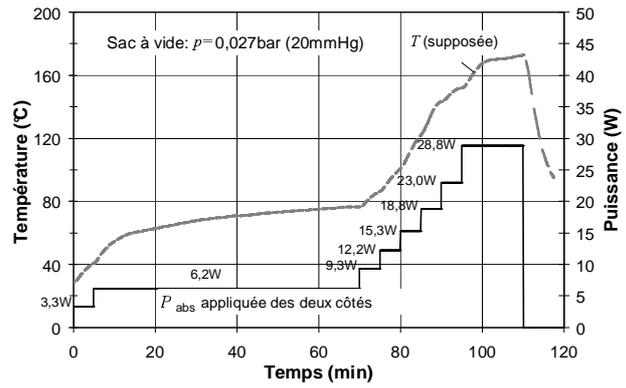


6. Fermeture du moule : l'effort de fermeture est appliqué par deux serre-joints. Une fixation provisoire est obtenue à l'aide d'un film adhésif (« Scotch papier »).
7. Fermeture du sac à vide : le soudage de la bâche sur les bords par un soude-sac rend le sac à vide hermétique.
8. L'ajutage collé au sac est ensuite connecté à un circuit d'extraction d'air (ici : une trompe à eau). L'air est extrait jusqu'à ce qu'une pression de $20\text{mmHg} = 0,027\text{bar}$ soit atteinte à l'intérieur du sac. La pression atmosphérique exerce un effort de serrage sur les deux coques du moule.
9. Le moule est placé en position horizontale dans l'applicateur.
10. Fermeture de l'applicateur : le contact électrique entre les transitions et l'applicateur ainsi qu'entre les deux coquilles de l'applicateur est assuré par un film d'aluminium autocollant.

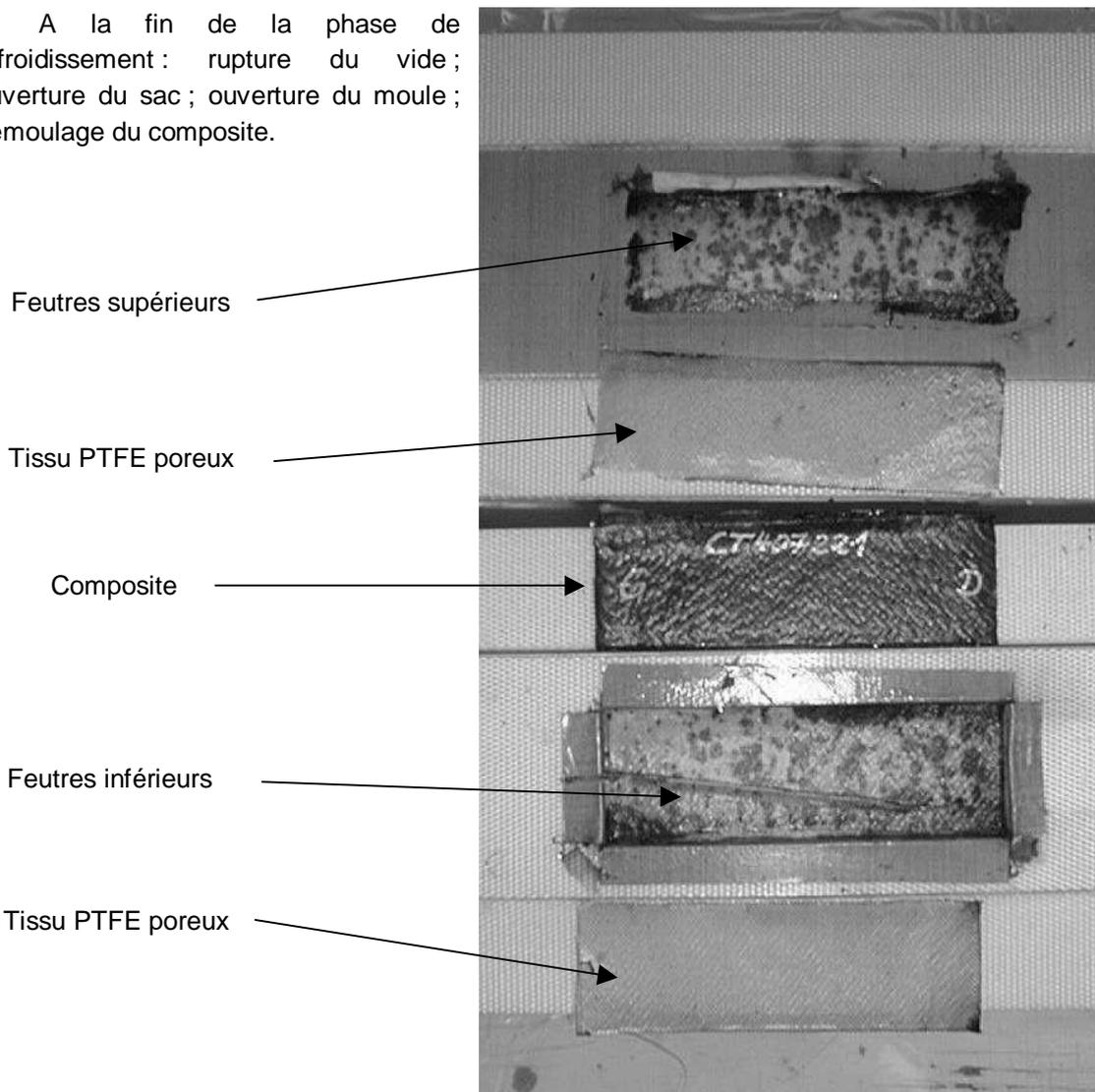


11. Application du protocole en puissance absorbée (sans palier ou avec palier de 30 ou 60 min).

12. Après l'arrêt des magnétrons : phase de refroidissement libre. Le vide (0,027bar) est encore maintenu pendant environ 15min.



13. A la fin de la phase de refroidissement : rupture du vide ; ouverture du sac ; ouverture du moule ; démoulage du composite.



Au cours du procédé, les couches de feutre sont fortement comprimées. Les deux faces orientées vers le composite portent des taches brunes de résine ce qui montre que la résine époxyde a flué avant que la réticulation soit intervenue. Une partie de la résine a traversé le tissu de PTFE poreux et a imprégné le feutre. Le feutre de drainage et le tissu de PTFE poreux ne peuvent donc pas être réutilisés après le procédé.

1.8 Etude de la microstructure et du comportement mécanique des matériaux élaborés

Grâce au procédé d'élaboration dont la mise au point a été décrite aux paragraphes précédents, nous sommes désormais en mesure d'élaborer le composite stratifié carbone/époxy G803/914 par un procédé alternatif en applicateur microonde. Ce procédé est basé sur le chauffage de la pièce élaborée par création de sources de chaleur internes dues à l'absorption de l'énergie des microondes. Comme le matériau consiste en une matrice diélectrique et un renfort conducteur, la dissipation d'énergie en chaleur est partagée entre un effet d'hystérésis diélectrique et un effet Joule. Les pièces élaborées sont des petites plaques de 80mm*25mm constituées de 8 plis préimprégnés correspondant à une épaisseur de 2,5mm. Le renfort (un tissu de fibres de carbone HR), est orienté à 45° par rapport aux bords de la plaque. Le matériau de référence élaboré au moyen du procédé classique en autoclave nous a été fourni par le Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS : il s'agit également d'un empilement de 8 plis (épaisseur 2,5mm) orientés à 45° par rapport aux bords de la plaque. Les dimensions de la plaque fabriquée par le CCR sont pourtant considérablement plus importantes (600mm*300mm). En plus de la plaque élaborée, le CCR avait fourni le préimprégné (HEXCEL G803/914) utilisé pour l'élaboration du stratifié dans l'applicateur microonde.

Désormais, nous disposons de deux stratifiés de constitution identique. Elaborés à partir du même préimprégné, ils ne se distinguent que par les paramètres (température et pression) du procédé d'élaboration utilisé. La **Figure 1.54** montre l'histoire des deux stratifiés en termes de température et de pression appliquée. Tandis que le matériau du CCR a été soumis à un traitement thermique de plus de cinq heures, le stratifié élaboré au Laboratoire a été réticulé en moins de deux heures.

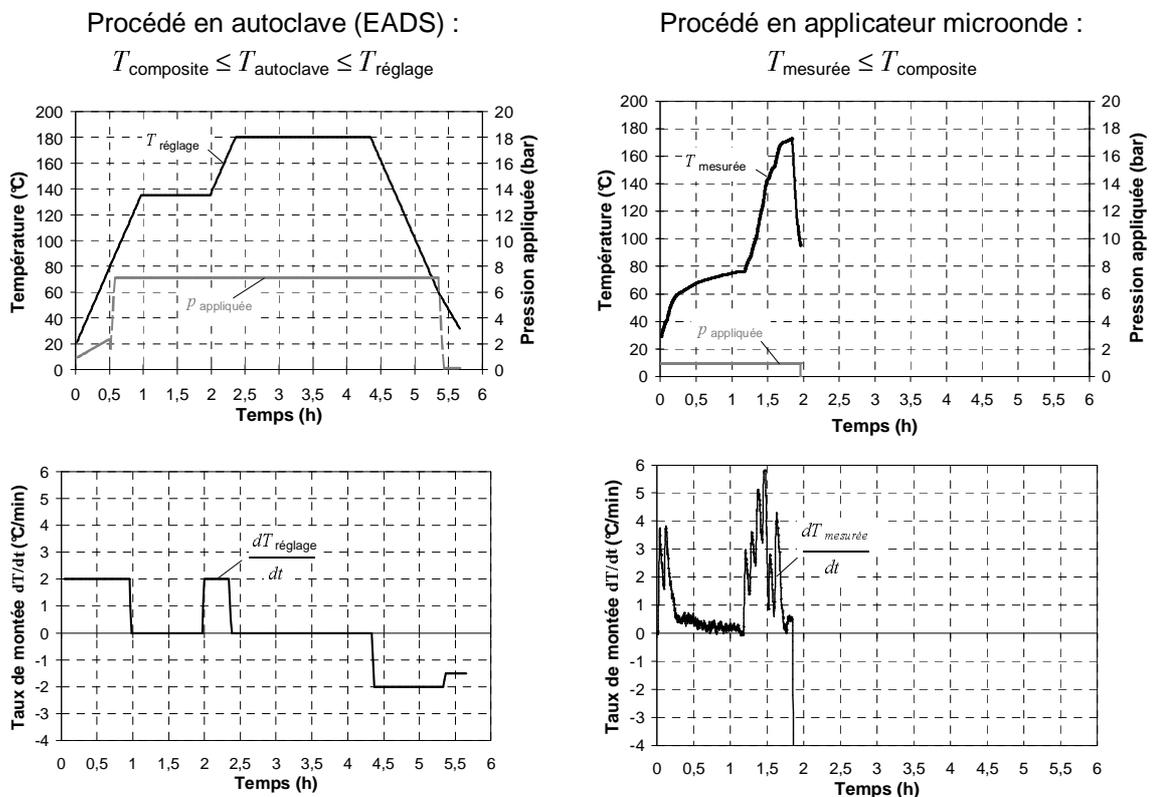


Figure 1.54 : Comparaison des histoires thermiques des stratifiés issus des deux procédés d'élaboration. (Température approximative et pression appliquée).

Il est à noter que la température donnée pour le procédé classique est la température de réglage de l'autoclave. Pendant une grande partie du procédé, la température réelle du composite reste donc inférieure à la température indiquée. Par contre, dans le cas du procédé alternatif, il s'agit d'une température mesurée par une sonde sur la pièce élaborée. La température indiquée est donc susceptible de sous-estimer la température réelle du composite.

Les deux procédés se distinguent aussi par la pression appliquée au stratifié. Dans le procédé classique, la pression intérieure de l'autoclave et le vide au sein du sac conduisent à une pression hydrostatique supérieure à 7 bars appliquée au composite pendant la phase d'écoulement et la réticulation de la matrice. Par contre, dans le procédé alternatif, la pression atmosphérique agit sur les deux coques du moule à l'intérieur du sac à vide. La pression appliquée au composite est donc voisine de 1 bar et n'agit que sur les surfaces supérieure et inférieure de la pièce.

Une troisième différence entre les histoires thermiques des deux stratifiés concerne la vitesse de montée en température dT/dt . La partie inférieure de la **Figure 1.54** montre que celle-ci n'est pas constante pendant les phases de montée du procédé microonde. En plus, elle atteint des valeurs jusqu'à 6°C/min ce qui est trois fois la valeur du procédé classique. De nouveau, pour le procédé microonde, la courbe donnée a tendance à sous-estimer la vitesse de montée réelle. Par contre, dans le cas du procédé classique, la valeur de 2°C/min concerne la température de réglage et représente donc un maximum par rapport à la montée en température du stratifié.

Pour déterminer l'influence des paramètres du procédé sur le stratifié élaboré, nous avons cherché à comparer les microstructures à l'état initial et le développement de l'endommagement lorsque le matériau est soumis à une sollicitation mécanique. L'essai de traction « in-situ » a été jugé comme le moyen expérimental le plus adapté à l'objectif posé. Il s'agit d'un essai de traction effectué à l'intérieur de la chambre d'observation du microscope électronique à balayage. Il permet notamment de suivre à la fois l'évolution de la microstructure, le développement de l'endommagement et le comportement mécanique lors d'un chargement de traction uniaxiale.

Un microscope électronique à balayage (MEB) de type JEOL JSM-6100 est disponible au Laboratoire. Il est équipé d'un dispositif de traction d'une taille suffisamment petite pour être introduit dans la chambre d'observation du microscope. Le dispositif dispose d'une capacité maximale de 10kN et permet des allongements de l'éprouvette, selon les mors utilisés, allant jusqu'à 5mm. Les éprouvettes utilisées sont des barreaux de petite taille (longueur d'environ 20mm). La vitesse d'écartement des mors est réglable entre 0,1 et 5mm/min. Afin d'enregistrer la courbe de traction, on utilise le capteur piézoélectrique installé sur le dispositif et une jauge d'extensométrie collée sur l'éprouvette.

Le paragraphe suivant est consacré à la préparation des éprouvettes et à la technique expérimentale mise en œuvre. Ensuite, les résultats obtenus seront présentés et discutés.

1.8.1 Préparation des éprouvettes pour l'essai de traction « in-situ »

La **Figure 1.55** montre la plaquette de composite élaborée par le procédé alternatif en applicateur microonde. Deux éprouvettes d'une longueur de 20mm et d'une largeur de 7mm ont été prélevées près du centre de la plaque afin d'éviter des éventuels effets de bord. Les éprouvettes ont été prélevées parallèlement aux bords des plaquettes élaborées pour garder la même orientation des fibres. Un chargement des éprouvettes dans le sens longitudinal correspond donc un à un chargement à 45° par rapport au tissu de renfort (« chargement hors axe »). La tranche de l'éprouvette a été choisie comme surface d'observation puisqu'elle donne accès à une section de l'ensemble des huit plis. Le plan d'observation ainsi obtenu est donc orienté perpendiculairement aux plis et à un angle de 45° par rapport au tissu de renfort.

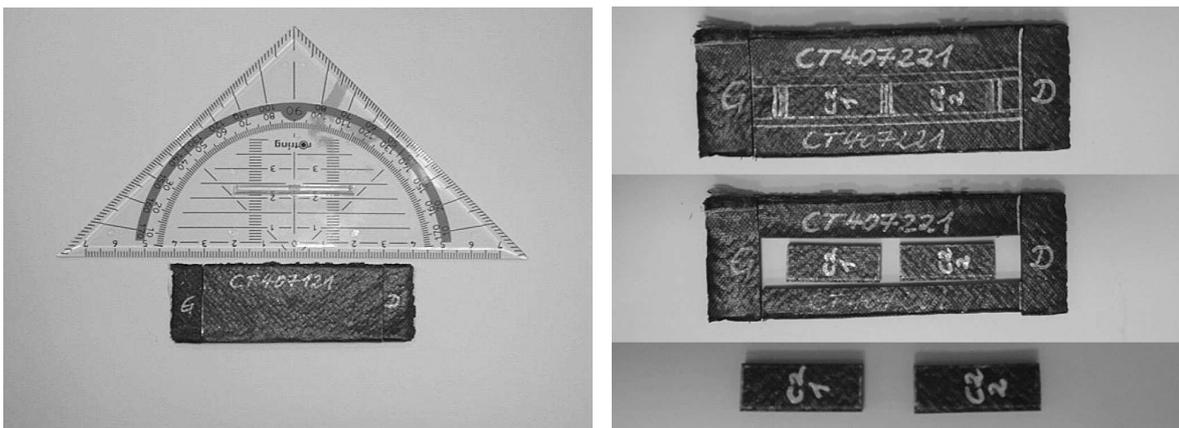


Figure 1.55 : Prélèvement des éprouvettes de traction dans une plaquette de composite élaborée par le procédé en applicateur microonde.

La microscopie électronique demande pourtant une préparation soignée de la surface observée : celle-ci doit être à la fois propre, lisse et conductrice du courant électrique. Après l'opération de prélèvement des éprouvettes, nous effectuons un polissage de la tranche par des disques à papier abrasif (PRESI Mecaprex). La granulométrie du papier est successivement réduite. La suite du polissage est effectuée par des draps (BROT type G) imprégnés d'une solution de particules de diamant (PRESI Mecaprex). De nouveau, la taille des particules est successivement diminuée ($6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$). A l'issue de chaque étape de polissage, un contrôle de la qualité de surface est effectué sous microscope optique. Pour terminer, la surface polie est nettoyée à l'éthanol.

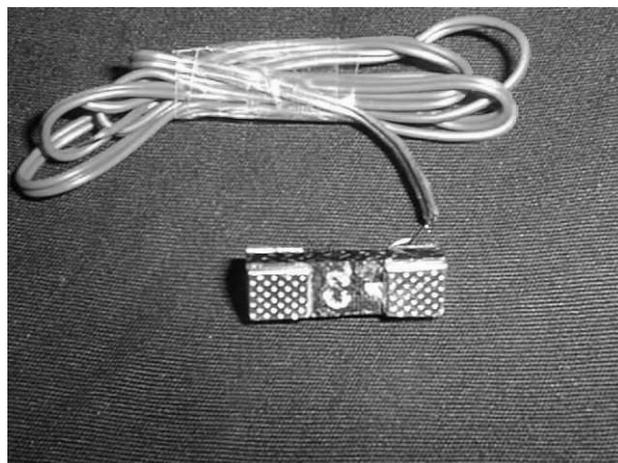
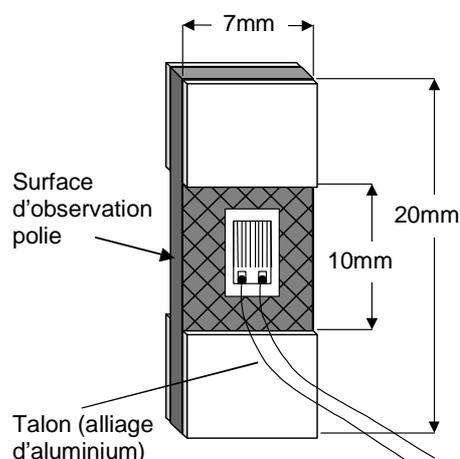


Figure 1.56 : Eprouvettes utilisées pour l'essai de traction « in-situ ».

Après le polissage, la jauge de déformation (KYOWA KFG-2N-120-C1-11L1M2R) est collée latéralement à mi-longueur et mi-largeur de l'éprouvette. Elle mesure donc la déformation moyenne du pli extérieur sur lequel elle est collée. Dans cette étape, il est important de garder la surface polie à l'abri de traces de colle. Les quatre talons en alliage d'aluminium sont déposés sur l'éprouvette comme le montre la **Figure 1.56** en utilisant une colle à base de cyanoacrylate (SUPER GLUE Gel). Ensuite, la surface observée est métallisée : par l'intermédiaire d'un métalliseur (ion sputter JEOL JFC-1100), une couche d'or d'une épaisseur de 300\AA est déposée sur la surface d'observation afin de la rendre conductrice. La conductivité électrique de la surface d'observation est importante pour éviter que, lors des observations sous MEB, la surface soit électriquement chargée par le faisceau d'électrons.

1.8.2 La démarche expérimentale appliquée

L'éprouvette ainsi préparée est insérée dans les mors de la machine et serrée mécaniquement. Comme les mors sont auto-serrants, l'effort de traction appliqué au cours de l'essai vient renforcer l'effort de serrage. Puis, l'ensemble (l'éprouvette prise dans les mors) est monté sur la machine de traction qui est ensuite introduite dans la chambre d'observation du MEB. (**Figure 1.57**)

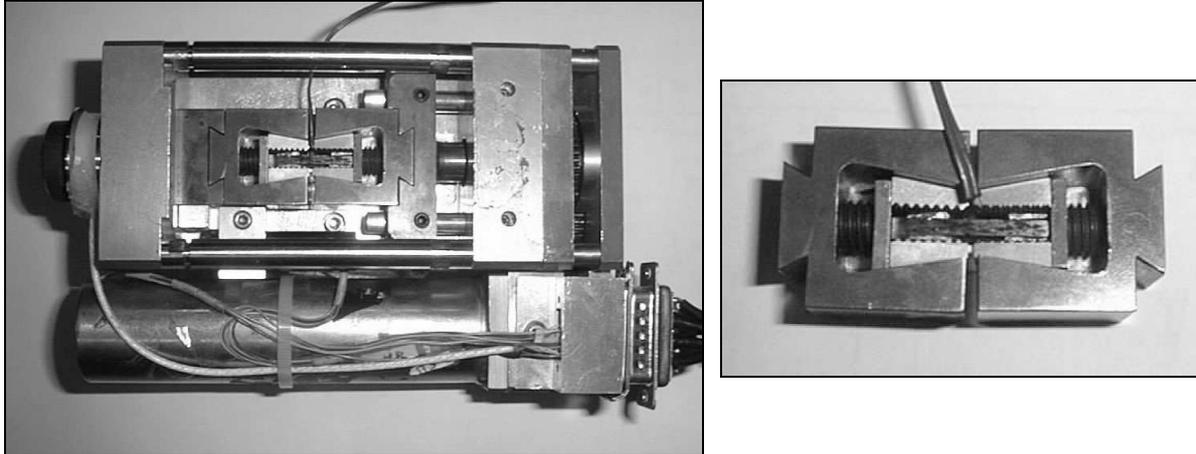


Figure 1.57 : Dispositif de traction utilisé lors des essais de traction « in-situ ». Eprouvette montée dans les mors de la machine.

Avant que l'éprouvette soit soumise à un chargement en traction, un premier balayage de la surface observée permet d'analyser et de documenter la microstructure à l'état initial. Il s'agit notamment d'identifier les particularités de la microstructure observée et/ou un endommagement existant au préalable qui n'est pas dû au chargement mécanique appliqué par la suite.

La tranche de l'éprouvette choisie comme plan d'observation est orientée perpendiculairement aux plis et présente un angle de 45° par rapport au tissu de renfort. L'image obtenue sous MEB montre les mèches constituant le tissu en section prise à 45° : les fibres y apparaissent comme des petites ellipses sans différence entre les fibres de chaîne et les fibres de trame. Chaque mèche est constituée de 3000 fibres. Avec une largeur supérieure à 1mm et une épaisseur de 150µm, les mèches apparaissent pourtant fortement aplaties.

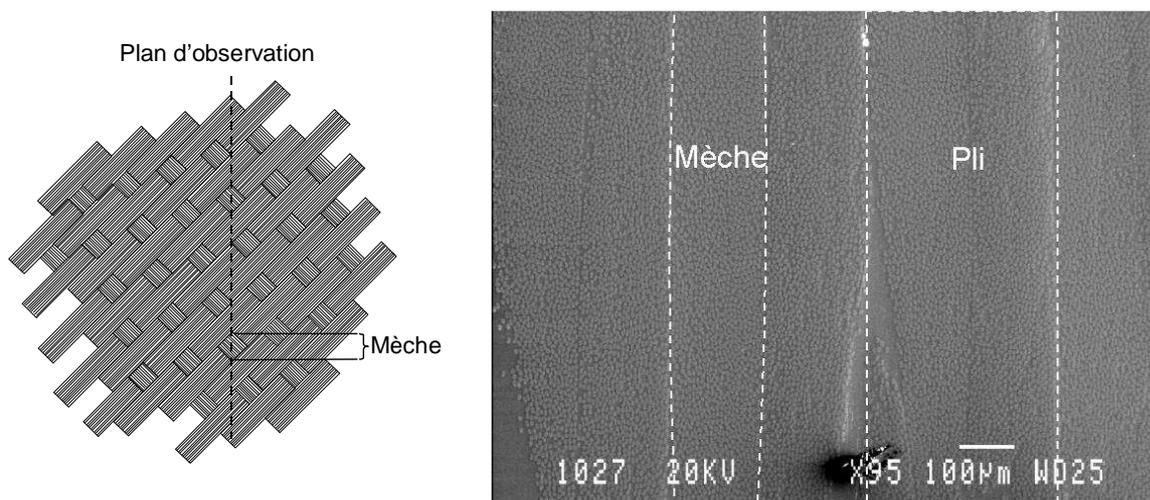


Figure 1.58 : Image obtenue sous MEB : vue sur la tranche de l'éprouvette, le tissu de renfort étant orienté à 45° par rapport au plan d'observation.

Sur la **Figure 1.58**, les interfaces entre les mèches sont orientées verticalement. Les plis apparaissent sous forme de deux mèches adjacentes. L'épaisseur de deux mèches correspond à celle du pli. Les deux mèches d'un pli sont croisées, l'une étant orientée à $+45^\circ$ et l'autre à -45° . Comme il s'agit d'un tissu, les surfaces des plis ne sont pas planes. Ceci fait que les tissus de deux plis adjacents ne se touchent pas en tout point : des zones non renforcées peuvent donc exister aux interfaces entre les mèches.

Le protocole expérimental d'un essai de traction in-situ prévoit un chargement en plusieurs étapes : la mise en charge est systématiquement interrompue pour permettre l'analyse microscopique de la surface observée et l'acquisition d'images (**Figure 1.59**). Il s'agit des maintiens en déplacement du mors mobile durant environ 1 heure. Idéalement, chaque étape correspond donc à un niveau de déformation de l'éprouvette. Les mises en charge entre les paliers sont effectuées à une vitesse de déplacement du mors mobile de $30\mu\text{m/s}$ ($1,8\text{mm/min}$). Les premiers niveaux de déformation réalisés sont espacés de 0,5 à 1% pour détecter le seuil d'endommagement. A partir d'environ 2%, le pas entre les étapes est augmenté à $+1,5\%$, voire $+2\%$. Pour le matériau de cette étude, le maintien de la position des mors pendant une heure est suivi d'une relaxation : l'effort mesuré diminue au cours de l'acquisition des images. Une baisse légère de la déformation enregistrée par la jauge a également été observée.

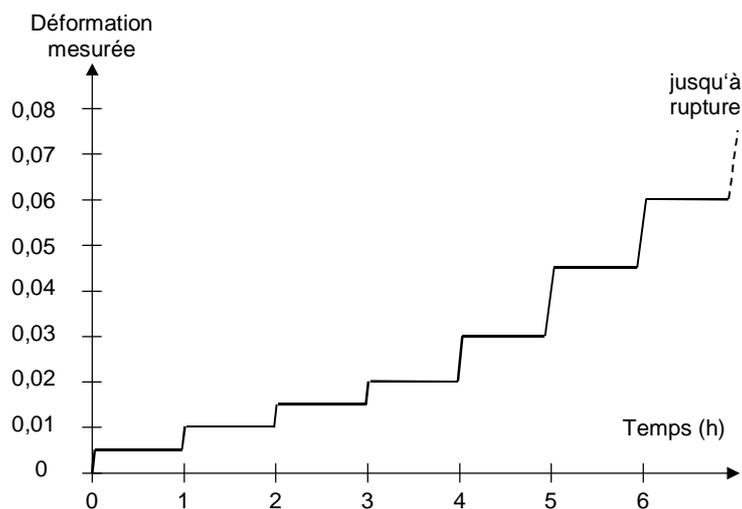


Figure 1.59 : Protocole expérimental d'un essai de traction « in-situ » avec acquisition d'une série d'images pour chaque niveau de déformation.

Le signal de force est conditionné et amplifié pour donner un signal électrique compris entre 0 et 10V. Le pont de jauge (VISHAY P-3500) utilisé pour alimenter la jauge d'extensométrie fournit également un signal en Volt proportionnel à la déformation mesurée. L'acquisition des deux signaux a été assurée par une carte convertisseur analogique/numérique à deux voies (PICOTECH ADC-212-50) à raison d'une acquisition par seconde. Le logiciel utilisé (PICOLOG Recorder) permet d'effectuer des acquisitions en continu durant plus de 15 heures.

En principe, l'essai se termine quand la rupture de l'éprouvette intervient. Typiquement, celle-ci est caractérisée par une chute prononcée de l'effort et la perte du signal de déformation. Par contre, une stagnation des signaux effort et déformation malgré le déplacement continu du mors mobile signifie un glissement de l'éprouvette entre les mors.

1.8.3 Résultats expérimentaux et discussion

Des essais de traction « in-situ » ont été effectués sur le matériau de référence (fourni par le CCR) et le matériau élaboré par électrothermie diélectrique. Dans chacune des figures suivantes, la photo de gauche montre le stratifié de référence et celle de droite le stratifié élaboré par le procédé alternatif. Sur les images prises, la direction horizontale correspond au sens de l'épaisseur du stratifié, la direction verticale à celle de la charge de traction.

Dans un premier temps, nous avons comparé les microstructures des deux matériaux avant que la charge de traction soit appliquée. On constate que des zones non-renforcées (dépourvues de fibres) existent dans les deux stratifiés. Typiquement, elles se situent aux interfaces entre les plis, souvent aux endroits où trois ou plusieurs mèches se rencontrent. Sur le composite élaboré en autoclave, ces zones sont remplies de matrice et forment des poches de résine. Par contre, sur le matériau élaboré en applicateur microonde, ces endroits sont souvent tout ou en partie vides et forment donc des pores au sein du matériau. (**Figure 1.60**)

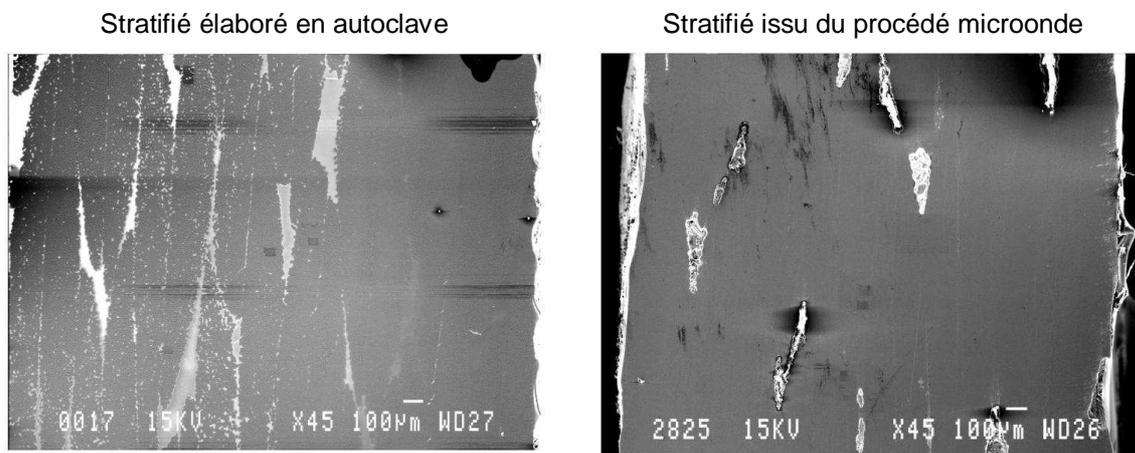


Figure 1.60 : Comparaison des microstructures des deux matériaux à l'état initial.

Il est probable que les différences entre les deux procédés en termes de température et de pression soient à l'origine de la porosité. En fait, la pression hydrostatique (7 bars) dans l'autoclave vient en appui de l'écoulement de la résine pendant le palier réalisé à 135°C. Dans le procédé alternatif, la pression est limitée à 1 bar et la température du palier est moins élevée (entre 60 et 100°C) pour éviter un emballement précoce de la température dû à l'exothermie de réticulation.

Lorsqu'on soumet le stratifié au chargement de traction, les premières amorces de fissure sont, de manière identique pour les deux matériaux, des petites craquelures de la matrice aux interstices entre les fibres. On constate que les fissures s'amorcent souvent à des endroits où la couche de matrice entre deux fibres est particulièrement mince. Dans la plupart des cas, les micro-fissures ainsi créées sont orientées perpendiculairement à la direction de la charge. Le niveau de déformation auquel l'amorçage de microfissures a été constaté est pourtant différent selon le procédé d'élaboration utilisé : alors que le stratifié issu du procédé alternatif a montré les premières fissures à une déformation totale d'environ 1%, la microstructure du stratifié de référence était encore quasiment intacte à 2%. Nous constatons donc que le stratifié élaboré en autoclave dispose d'un seuil d'endommagement plus élevé. (**Figure 1.61**)

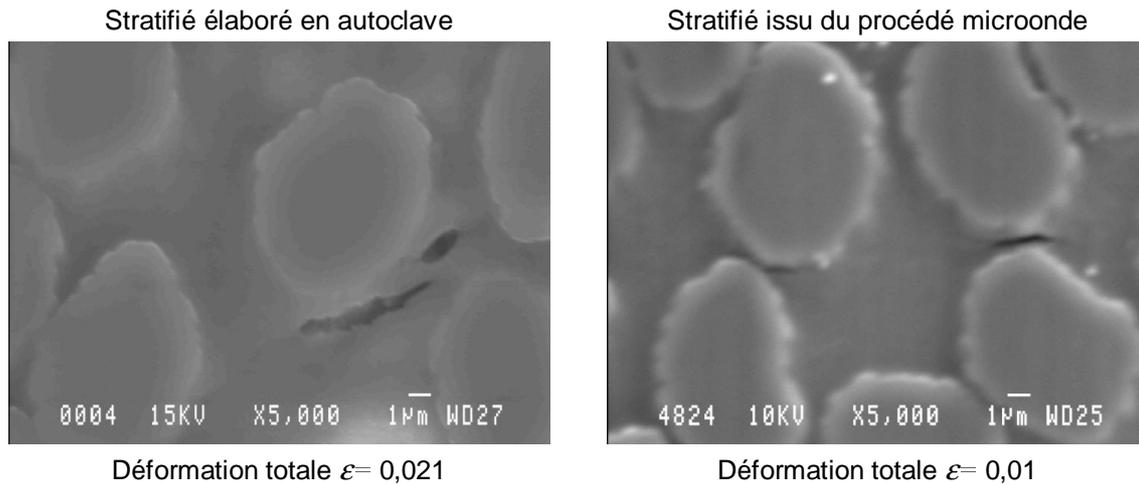


Figure 1.61 : Amorçage de microfissures dans la matrice.

Lorsque le niveau de chargement augmente, les microfissures entrent dans la phase de propagation. Pendant celle-ci, les fissures existantes s'allongent en traversant la matrice pendant que, en parallèle, de nouvelles microfissures se créent à d'autres interstices. On remarque que pour les deux matériaux, la trajectoire des fissures est tangentielle aux fibres, mais elle ne suit leur contour que très rarement. Il s'agit donc plutôt d'une fissuration de la matrice que d'une coalescence de décohésions entre les fibres et la matrice. De nouveau, c'est le niveau de déformation à partir duquel le phénomène se produit qui distingue les deux stratifiés : il se situe entre 1 et 2% pour le matériau élaboré sous microondes et autour de 3% pour le matériau de référence. (**Figure 1.62**)

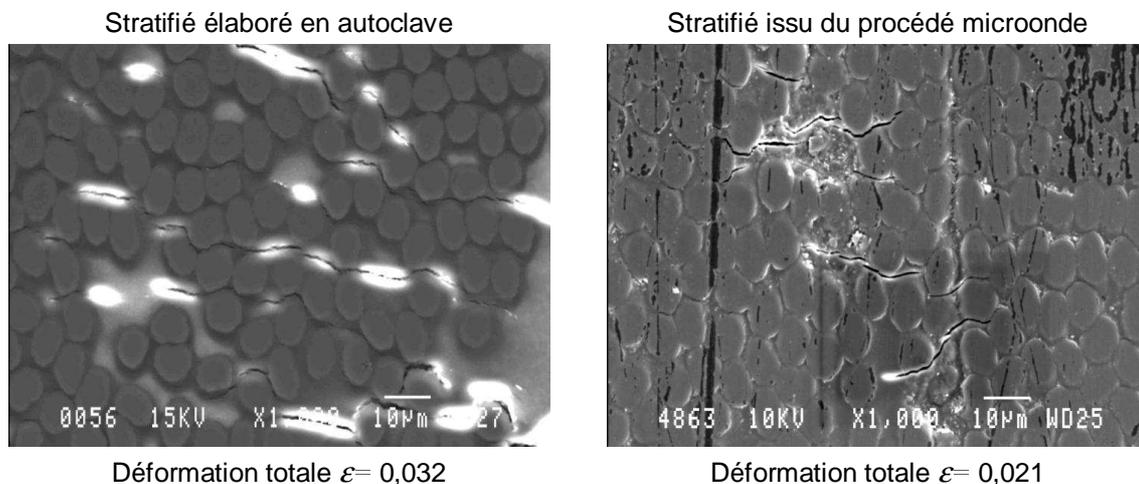


Figure 1.62 : Propagation des fissures au sein des mèches : fissures intralaminaires.

Pendant la première phase de propagation, les fissures restent confinées aux mèches. Il s'agit donc d'une fissuration intralaminare. Souvent, la propagation des fissures s'arrête aux interfaces entre les mèches, c'est à dire à l'endroit où l'orientation des fibres bascule de $+45^\circ$ à -45° et inversement. Cette phase se termine quand la fissure arrive à traverser la mèche d'une interface à l'autre.

Par contre, la présence des pores change l'évolution de l'endommagement. En fait, les pores représentent des amorces de fissures présentes dès le début du chargement. Pour le stratifié issu du procédé alternatif, la création des fissures traversant la mèche est facilitée par l'existence des pores. A une déformation totale de 1,5%, elles se développent en parallèle avec les microfissures et apparaissent donc relativement tôt dans l'histoire de chargement. (**Figure 1.63**)

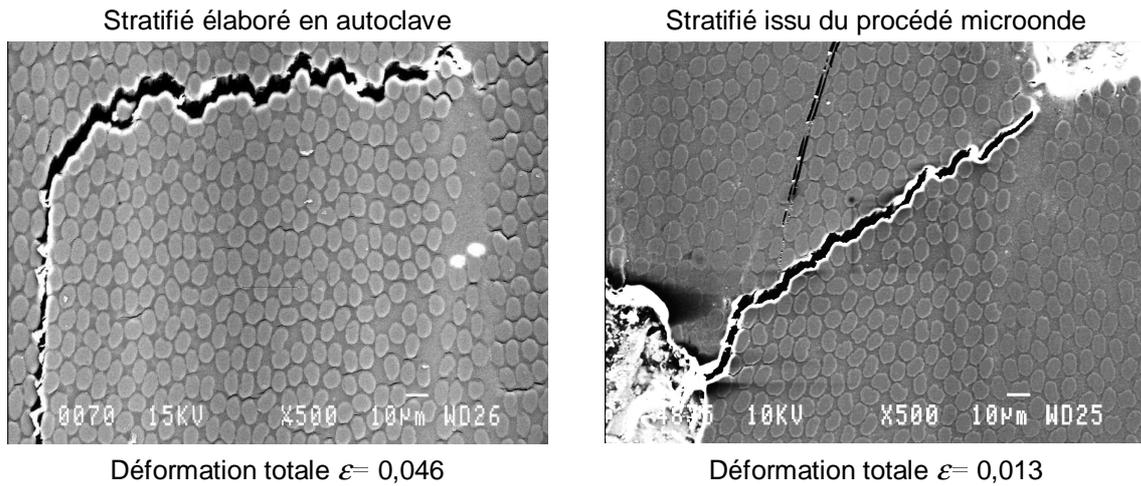


Figure 1.63 : Fissures mésoscopiques traversant la mèche. Changement de trajectoire à l'interface entre deux mèches.

Pour le matériau de référence, les fissures ayant atteint l'interface entre deux mèches change leur direction de propagation. Typiquement, elles continuent leur propagation en longeant la même interface et prennent donc une trajectoire verticale. De cette manière, elles vont éventuellement coalescer avec une autre fissure intralaminaires. Pour le stratifié de référence, la fissure macroscopique traversant plusieurs plis, voire l'épaisseur entière du stratifié, se compose donc de plusieurs fissures intralaminaires (traversant une mèche) qui sont reliées entre elles par des fissures interlaminaires (ruptures d'interface entre mèches). Normalement, la fissure est soumise à autant de déviations qu'il y a des mèches à traverser (16 mèches pour un empilement de 8 plis tissés). Ceci résulte en une trajectoire en zigzag comme le montre l'image de gauche dans la **Figure 1.64**.

Par contre, dans le stratifié de notre étude, la création d'une fissure macroscopique est le plus souvent le produit d'un alignement de plusieurs pores par des fissures intralaminaires. (Image de droite dans la **Figure 1.64**.) Grâce à la présence des pores, la dernière phase de propagation, la création de fissures macroscopiques par rupture des interfaces entre les mèches, est donc anticipée et d'une durée moins importante par rapport au stratifié de référence. Dans le stratifié élaboré sous microondes, les premières fissures macroscopiques ont été détectées à des valeurs de déformation totale entre 3 et 4% par rapport à 6 à 7% pour le stratifié de référence.

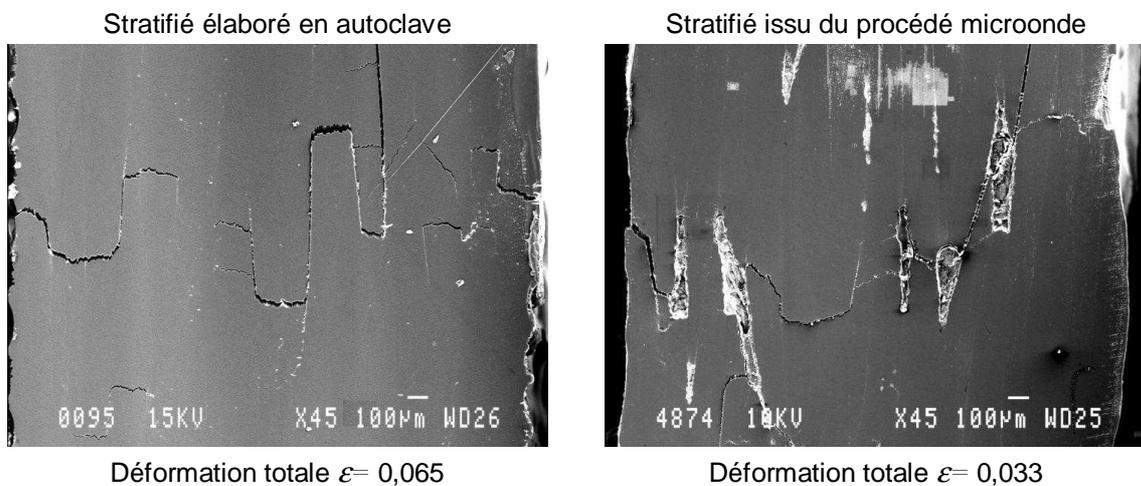


Figure 1.64 : Création d'une fissure macroscopique à partir de plusieurs fissures intralaminaires.

Les courbes de traction enregistrées lors des essais de traction in-situ sont montrées dans la **Figure 1.65**. L'aspect intermittent des courbes est dû à la relaxation de contrainte pendant les arrêts d'acquisition d'images. L'allure générale, la courbe enveloppe des graphiques est typique du chargement « hors axe » du matériau. Ces conditions de sollicitation du matériau seront discutées plus en détail au chapitre suivant.

Les pentes des courbes au début du chargement suggèrent que la rigidité initiale du stratifié élaboré en microondes soit égale ou même légèrement supérieure à celle du stratifié de référence. A une déformation entre 1 et 2%, les deux courbes se séparent pourtant clairement. A partir de cette valeur, la courbe de traction du stratifié élaboré en applicateur microonde reste en dessous de celle du stratifié de référence. Nous rappelons que le seuil d'endommagement du stratifié élaboré sous microondes se situe à une déformation totale d'environ 1%. Le stratifié élaboré en autoclave supporte une contrainte maximale de 180 MPa et montre une phase post-pic prononcée avant que la rupture intervienne autour d'une déformation totale de 10%. Par contre, la contrainte subie par le stratifié issu du procédé alternatif ne dépasse pas 150 MPa. Ici, la déformation à rupture est inférieure à 7%.

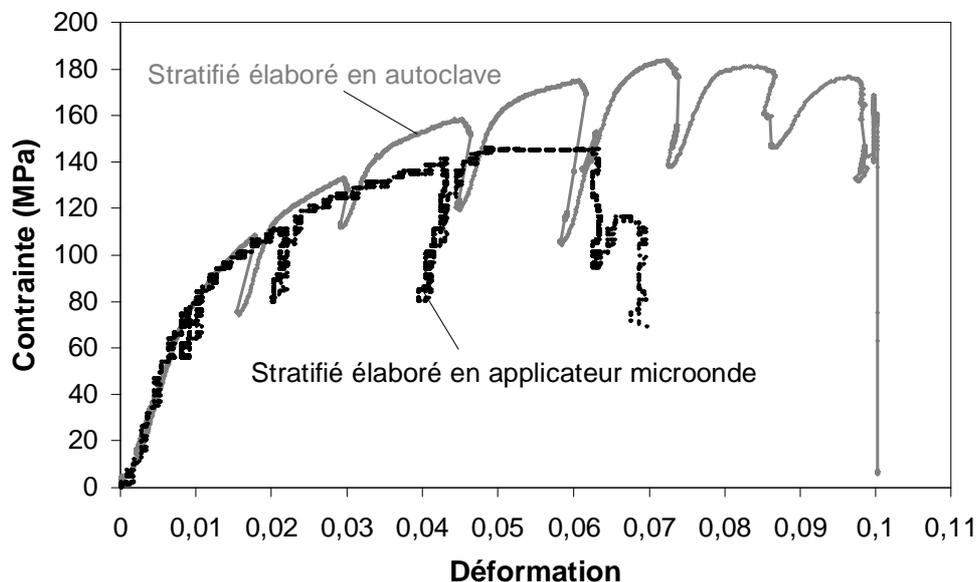


Figure 1.65 : Comparaison des courbes de traction obtenues lors des essais de traction « in-situ ».

Les courbes obtenues sont donc en bon accord avec les observations de microstructure effectuées au cours des essais. Les différences en termes de seuil et de développement de l'endommagement se répercutent sur le comportement mécanique des stratifiés analysés. La présence de pores entre les plis semble ne pas influencer la rigidité du matériau à l'état non-endommagé. Le seuil anticipé et le développement plus rapide de l'endommagement font pourtant diminuer la contrainte maximale et la déformation à rupture du matériau élaboré par le procédé mis en place dans le cadre de cette étude.

1.8.4 Remarques complémentaires

Les résultats obtenus confirment l'influence importante des paramètres du procédé d'élaboration sur les propriétés du stratifié élaboré. La porosité du composite issu du procédé alternatif représente une différence principale entre les deux matériaux. Les trois paramètres essentiels du procédé de fabrication sont la température, la pression et le temps. Tous les trois jouent sur la rhéologie de l'écoulement de la matrice. La température intervient par le biais de la viscosité de la résine. La pression est la force motrice de l'écoulement. Le temps pendant lequel les conditions sont favorables à l'écoulement de la résine conduit finalement au flux de résine réellement effectué. Une pression plus élevée appliquée pendant le procédé, ainsi qu'un palier plus long à une température plus élevée sont aptes à réduire la porosité du stratifié.

Une deuxième différence a été constatée concernant le seuil d'endommagement. Abstraction faite de l'existence des pores, l'endommagement intervient de manière précoce dans le stratifié élaboré dans l'applicateur microonde : les premières microfissures apparaissent plus tôt dans l'histoire de chargement et la propagation des fissures créées est anticipée par rapport au stratifié de référence. Une possible explication se trouve dans les phénomènes à l'origine des sources internes de chaleur. Au paragraphe 1.3, nous avons constaté que la dissipation d'énergie dans la matrice est due à l'effet d'hystérésis diélectrique, tandis que dans les fibres de carbone, l'effet Joule est prédominant. Compte tenu de la grande influence des fibres sur la caractéristique de pertes ε'' mesurée (cf. paragraphe 1.2), nous pouvons supposer qu'une partie considérable de la chaleur dissipée est due à l'effet Joule. Une rapide montée en température ainsi générée pourrait être à l'origine d'une mauvaise qualité de l'interface fibre/matrice. Ceci est notamment probable si les fibres sont enrobées d'un agent d'ensimage dont la dégradation thermique amènerait une adhésion insuffisante entre les fibres et la matrice.

Des observations microscopiques faites sur un stratifié surchauffé au cours du procédé d'élaboration en applicateur microonde confortent cette hypothèse. Ici, le chauffage trop important avait entraîné la formation de micropores dans la matrice autour des fibres. Le phénomène a été trouvé particulièrement prononcé aux interfaces entre les mèches (**Figure 1.66**).

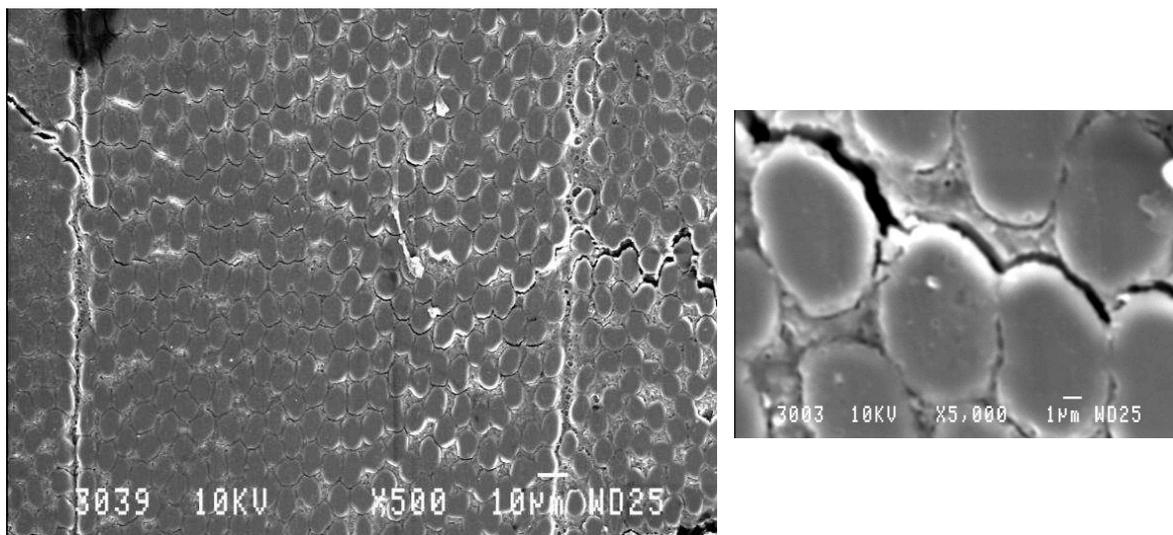


Figure 1.66 : Micropores dans la matrice dus à un chauffage excessif du stratifié pendant le procédé d'élaboration. Décohésions fibre/matrice sous chargement de traction (photo droite).

Lorsque ce matériau a été chargé en traction, des ruptures d'interface fibre/matrice ont été constatées à partir d'une déformation totale de seulement 0,5%, donc à un niveau de sollicitation encore plus bas que dans les cas décrits ci-dessus. Contrairement à ces derniers, nous avons trouvé des décohésions nettes entre les fibres et la matrice. Cette fois-ci, la coalescence des décohésions était à l'origine de la propagation des fissures. La photo droite montre que les fissures suivaient bien les contours des fibres.

1.9 Conclusions et perspectives de l'étude sur le procédé d'élaboration

Dans le cadre du projet de recherche visant à augmenter la capacité des composites stratifiés carbone/époxy et kevlar/époxy à absorber l'énergie d'un crash, une première étude a porté sur le procédé d'élaboration du sous-stratifié tissé carbone/époxy. Un objectif important était notamment d'identifier l'influence des paramètres du procédé (température, pression et temps) sur les propriétés du stratifié élaboré.

Le point faible du procédé d'élaboration habituellement appliqué à ce type de matériau (le chauffage sous pression en autoclave) est l'écart qui peut exister entre la température de réglage, la température réelle de l'autoclave et la température de la pièce élaborée. Comme il s'agit d'un chauffage par sources externes, la distribution spatiale de température engendrée au sein du composite élaboré est forcément hétérogène. Ces conditions limitent la vitesse de montée en température admissible et rendent indispensables des paliers de longue durée au cours du procédé pour permettre la diffusion de la chaleur au sein de la pièce.

Nous avons donc proposé un procédé d'élaboration alternatif permettant un chauffage direct de la pièce élaborée par création de sources de chaleur internes. Le chauffage envisagé est basé sur des effets électrothermiques, c'est à dire sur la production de chaleur grâce à l'absorption de microondes par le stratifié élaboré. Par le passé, cette technique s'est avérée être avantageuse pour la fabrication de pièces épaisses en matériaux diélectriques à faibles pertes. Dans ce cas, l'atténuation des ondes au sein de la pièce est relativement faible ce qui correspond à une grande profondeur de pénétration. Les sources de chaleur ainsi créées au cœur du matériau conduisent à une élévation de température uniforme dans le volume de la pièce élaborée.

Le stratifié carbone/époxy (G803/914) de cette étude s'est pourtant révélé être différent des composites traité par les travaux antérieurs. Grâce à la conductivité électrique des fibres de carbone, il dispose d'une caractéristique de pertes équivalente ϵ_e'' très élevée. Ici, deux phénomènes d'absorption sont à l'origine du chauffage effectué : l'effet d'hystérésis diélectrique et l'effet Joule. Il s'agit donc d'un matériau absorbant fortement les microondes, ce qui entraîne une forte atténuation des ondes et, en conséquence, une faible profondeur de pénétration. La prise en compte de cette caractéristique du stratifié élaboré représentait donc un défi principal de l'étude.

A priori, la conception du procédé alternatif s'est heurté au même problème que le procédé classique en autoclave : des fortes variations de température entre les bords et le cœur de la pièce élaborée. La mise au point du procédé a exigé une bonne maîtrise de la répartition du champ électrique au sein de l'applicateur microonde utilisé. Nous avons donc choisi un applicateur cylindrique monomode. Une analyse de la répartition du champ électrique dans l'applicateur pour différentes charges diélectriques a permis d'améliorer considérablement l'uniformité des températures dans la pièce élaborée. Le moule conçu et adapté dans le cadre de cette étude facilite la pénétration des ondes dans le composite et favorise leur absorption par le centre de la plaque élaborée plutôt que par les bords. Avec une durée inférieure à deux heures, le procédé alternatif représente un gain de temps par rapport au procédé classique.

Grâce aux travaux effectués, le stratifié carbone/époxy a pu être élaboré par un procédé entièrement basé sur le chauffage par électrothermie diélectrique. Les pièces élaborées étaient des plaques de petites dimensions constituées d'un empilement de huit plis. Par la suite, ce matériau a été comparé à un stratifié de constitution identique élaboré suivant le procédé classique en autoclave et fourni par le CCR d'EADS. Les pores constatés au sein du stratifié issu du procédé alternatif ont été attribués à un flux insuffisant de la matrice pendant la phase d'écoulement

précédant la réticulation. Cette porosité est à l'origine d'un endommagement précoce du stratifié élaboré et entraîne des propriétés mécaniques inférieures à celles du stratifié de référence.

L'étude effectuée n'a donc pas permis d'élaborer un stratifié de meilleure qualité que le stratifié fabriqué en autoclave. Toutefois, elle a montré que l'élaboration par un procédé microonde d'un matériau fortement absorbant est faisable. En outre, elle a permis d'identifier l'influence des paramètres intervenant lors du procédé (temps, pression et température) sur la microstructure, le comportement mécanique et sur le développement de l'endommagement du stratifié élaboré.

Des travaux de développement seront nécessaires pour rendre le procédé proposé compatible avec une application industrielle. Les deux aspects contraignants sont notamment la taille des pièces fabriquées et la qualité du stratifié élaboré. Une première mesure visant à réduire la porosité du matériau élaboré consistera à augmenter le gradient de pression appliqué au cours du procédé afin d'améliorer l'écoulement de la résine. Ensuite, les approches utilisées pour améliorer l'uniformité de la température dans le volume du composite devraient permettre, à moyen terme, d'augmenter les dimensions des pièces élaborées.

La forte caractéristique d'absorption du stratifié carbone/époxy fait qu'il ne se prête pas autant à un procédé « tout microondes » que le stratifié verre/époxy précédemment mentionné. Pour l'élaboration du carbone/époxy, il serait donc particulièrement intéressant d'intégrer le chauffage par électrothermie diélectrique dans un procédé complet utilisant des sources de chaleur internes et externes (par exemple, un chauffage combiné par air chaud et microondes). Il s'agirait notamment d'effectuer la montée en température par microondes, tout en faisant suivre l'ambiance de l'applicateur à la température du composite. Ceci permettrait d'éviter les gradients de température de l'intérieur vers l'extérieur de la pièce élaborée et de compenser ainsi les pertes de chaleur vers l'extérieur.

Pour réaliser des paliers en température, il suffira alors de maintenir l'ambiance dans l'applicateur à la température souhaitée. Idéalement, la création des sources internes fournira une température uniforme au sein de la pièce élaborée à tout moment du procédé. Ceci permettra d'augmenter la vitesse de montée et de raccourcir les paliers. L'utilisation de sources externes permettra de mieux contrôler la température maximale atteinte et d'éviter ainsi la surchauffe du matériau. Un tel procédé complet est déjà industriellement appliqué pour la vulcanisation du caoutchouc.

Toutefois, la maîtrise du champ électrique restera une condition essentielle pour le chauffage effectué. Quel que soit l'applicateur utilisé, il est indispensable de choisir et renforcer un mode de propagation des ondes qui fournit un volume à champ électrique uniforme. Etant donné que le stratifié est diélectriquement anisotrope, son orientation par rapport au champ électrique sera également à prendre en compte. Si l'ensemble de ces conditions est au rendez-vous, le procédé complet engendra un gain de temps par rapport au procédé classique tout en fournissant un produit de qualité identique, voire supérieure.

2 Analyse du comportement d'un stratifié tissé carbone/époxy soumis à un chargement de traction à vitesse élevée

2.1 Introduction

Le stratifié tissé carbone/époxy de cette étude est un des sous-stratifiés du matériau multicouche constituant les structures de sécurité de crash décrites en introduction de ce manuscrit. Nous rappelons que la démarche prévue pour optimiser le stratifié multicouche nécessite les lois de comportement des sous-stratifiés valables pour un chargement à vitesse élevée. Des études précédentes ont été effectuées au Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS sur le comportement de différents empilements carbone/époxy en compression. Toutefois, la réponse du stratifié à un chargement en traction hors axe du renfort à vitesse élevée reste encore peu connu.

Suivant cet objectif, nous avons engagé une étude ayant pour but d'analyser le comportement mécanique du stratifié carbone/époxy chargé à 45° par rapport au tissu de renfort. Eu égard à l'application du matériau dans des dispositifs absorbeurs, un grand intérêt sera porté à l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques du matériau vierge et sur le développement de l'endommagement. L'endommagement du matériau est analysé sous deux aspects : l'évolution des propriétés mécaniques au cours du chargement et le développement des défauts dans la microstructure du matériau sollicité. Les deux aspects sont abordés par des essais de traction à différentes vitesses de déformation comprises entre 10^{-4} et 10^2 s⁻¹ et l'analyse du matériau sous microscope électronique à balayage (MEB) menée en parallèle.

Au paragraphe 2.2 ci-dessous, nous introduirons les propriétés mécaniques du stratifié étudié à partir des propriétés des fibres et de la matrice. Dans le même paragraphe, nous donnerons un bref résumé des connaissances existant au départ de l'étude grâce à des travaux antérieurs sur le même matériau ou sur un matériau comparable. Au paragraphe 2.3, nous expliquerons les techniques expérimentales utilisées, notamment la préparation et la mise en oeuvre des essais de traction à vitesse élevée. Les résultats expérimentaux seront présentés au paragraphe 2.4 de ce chapitre. Le chapitre s'achèvera par des conclusions et quelques perspectives sur des éventuels travaux futurs.

2.2 Les propriétés mécaniques du matériau de l'étude

Le composite stratifié carbone/époxy appelé G803/914 est un stratifié à base de résine époxyde (*Vicotex 914*) renforcé par un tissu de fibres longues de carbone.

Ses propriétés physiques ont été spécifiées au chapitre précédent (paragraphe 1.2). Dans le présent chapitre, nous allons nous concentrer sur les propriétés mécaniques du stratifié et de ses composants. Ses caractéristiques mécaniques données par le fournisseur *Hexcel Composites* sont précisées dans le **Tableau 2.1**. La haute température de transition vitreuse T_g de 190°C indique que, à température ambiante, le comportement de la matrice réticulée est principalement élastique-fragile.

E	ν	G	σ_{max}^t	ϵ_{max}^t	G_{Ic}	$\rho_{(réticulée)}$
3,9 GPa	0,41	1,4 GPa	47,7 MPa	0,015	103 J/m ²	1300 kg/m ³

Tableau 2.1 : Caractéristiques mécaniques de la matrice époxy *Vicotex 914*. [Hex97]

Quant au renfort, nous rappelons qu'il s'agit d'une fibre de carbone de haute résistance (HR). La fabrication de la fibre par les processus de filage et d'étirage est susceptible d'orienter les molécules du matériau dans des directions préférées et de créer ainsi une anisotropie mécanique de la fibre. Le comportement de la fibre dans le sens longitudinal est élastique fragile, sa déformation à rupture s'élevant à 1,4%. Le **Tableau 2.2** donne les principales caractéristiques mécaniques des fibres.

E_{long}	E_{trans}	G_{trans}	σ_{max}^t	ϵ_{max}^t	ρ
230 GPa	21 GPa	8,3 GPa	3500 MPa	0,014	1760 kg/m ³

Tableau 2.2 : Caractéristiques mécaniques des fibres T300 constituant le renfort. [Luy94, Bre90]

Le fil de base du tissu G803 est une mèche appelée T300 3K constituée d'environ 3000 filaments de carbone. Le tissage suivant une texture appelée *Satin 5* est équilibré en nombre de mèches dans les sens chaîne et trame du tissu. Cette configuration crée deux directions perpendiculaires dans le plan du pli selon lesquelles les propriétés mécaniques sont identiques. La **Figure 2.1** montre schématiquement la texture du tissu. La cellule de base (le motif élémentaire répétitif) est un carré composé de 5 x 5 mèches correspondant à environ 6mm x 6mm.

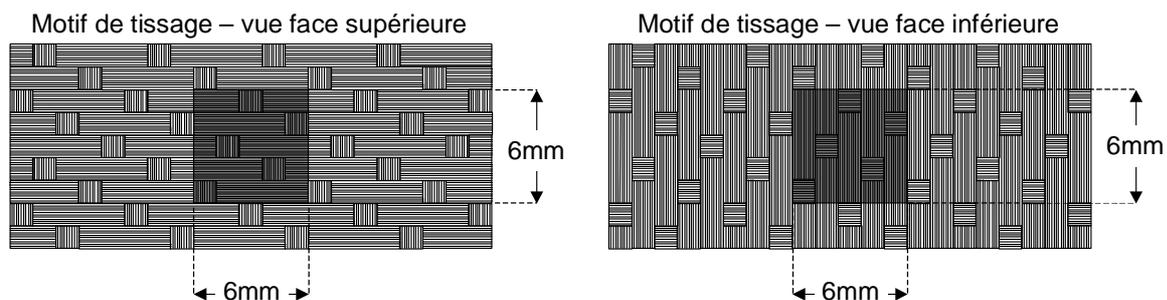


Figure 2.1 : Tissage *Satin 5* du stratifié G803/914 – motif élémentaire répétitif de 5x5 mèches.

Une plaque du stratifié G803/914 (600mm*300mm) mise à notre disposition par le CCR d'EADS est constituée d'un empilement de 8 plis, tous orientés selon un angle de 45° par rapport aux bords de la plaque. L'épaisseur du pli polymérisé étant de 0,31mm, le matériau ainsi élaboré fait 2,5mm en épaisseur. Le matériau de l'étude a été élaboré à partir de plis préimprégnés fournis par *Hexcel Composites* selon le procédé « classique » en autoclave décrit au paragraphe 1.2.4. Au chapitre précédent, ce matériau a servi comme « stratifié de référence » pour l'étude du procédé d'élaboration par microondes. Dans le présent chapitre, le stratifié sera également soumis à un chargement de traction uniaxial orienté à 45° par rapport au tissu de renfort. Toutefois, cette fois-ci, il s'agit d'un chargement à vitesse élevée. Dans la **Figure 2.2**, le repère (1,2,3) indiqué est celui du matériau.

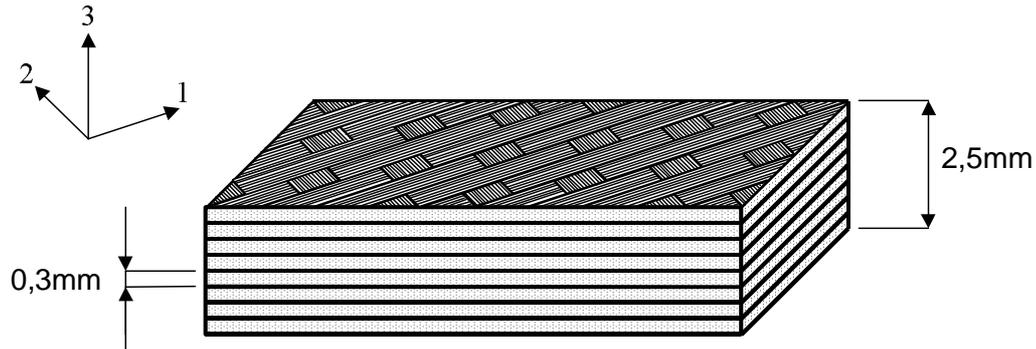


Figure 2.2 : Empilement $[45]_8$ du stratifié carbone/époxy étudié.

Etant donné que le stratifié ainsi constitué est symétrique par rapport à trois plans orthogonaux, il s'agit d'un matériau orthotrope. En plus, grâce à la répartition équilibrée des fibres dans les sens chaîne et trame du tissu, il y a équivalence entre les directions 1 et 2 (étant deux directions de symétrie). Le stratifié est donc considéré comme *orthotrope à symétrie quadratique* ce qui implique que son comportement est décrit par un tenseur d'élasticité ne comportant que six coefficients indépendants. Le tenseur des souplesses S_{ij} décrivant la relation entre déformation et contrainte $\varepsilon_i = S_{ij} \sigma_j$ est exprimé en fonction des modules d'élasticité techniques comme suit.

$$S_{ij} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & S_{11} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & S_{55} & 0 & 0 \\ (sym) & & & & S_{55} & 0 \\ & & & & & S_{66} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ & \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ & & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ & & & \frac{1}{G_{13}} & 0 & 0 \\ (sym) & & & & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ & & & & & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

Les propriétés mécaniques du composite selon les directions du matériau (repère (1,2,3)) peuvent être obtenues par calcul selon la théorie des stratifiés. Elles sont données par le **Tableau 2.3**. Les directions 1 et 2 correspondent aux orientations des fibres, l'axe 3 est orienté perpendiculairement aux plis. (**Figure 2.2**) Les résistances indiquées ont été trouvées par le CCR grâce à des travaux antérieurs à la présente étude.

$E_1 = E_2$	E_3	G_{12}	$G_{13} = G_{23}$	ν_{12}	$\nu_{13} = \nu_{23}$
60,3 GPa	5,0 GPa	5,0 GPa	5,0 GPa	0,03	0,35
$\sigma_{11,max}^t = \sigma_{22,max}^t$	$\sigma_{12,max}$	ε_{max}^t	$m_{rés}/m_{comp}$	$f_{v, fibres}$	ρ (réticulé)
490 MPa	94 MPa	—	42%	50,5%	1530 kg/m ³

Tableau 2.3 : Caractéristiques mécaniques du composite G803/914 (repère du matériau).

Les résultats de plusieurs études précédentes sur le comportement mécanique des stratifiés carbone/époxy (plis tissés ou plis unidirectionnels croisés) sont rappelés par la suite.

Le matériau tissé G803/914 a fait l'objet d'une étude effectuée par Thévenet et Grimault [The01] au CCR d'EADS dans le cadre du programme *Brite Euram CRASURV*. Une configuration quasi-isotrope constituée d'un empilement $[0^\circ; 45^\circ; 0^\circ; 45^\circ]_s$ a été caractérisée en compression. Lors d'un chargement quasi-statique ainsi qu'à plusieurs vitesses de déformation entre 40 et 150 s⁻¹, le comportement du composite a montré une allure générale linéaire. Les auteurs ont constaté que le module d'élasticité initial s'accroît quand la vitesse de déformation augmente. Par contre, il n'y avait pas d'influence significative de la vitesse de déformation sur les valeurs de contrainte et déformation à rupture.

Un matériau comparable appelé G802/914 a été caractérisé par Hochard et Charles [Hoc00] pour identifier les paramètres d'un modèle décrivant le comportement du composite à l'échelle du pli. Il s'agissait d'un composite à base de la même résine époxy (914) renforcé par un tissu de carbone qui se distingue du G803 principalement par son motif de tissage (*satin 4* au lieu de *satin 5*). Chargé en traction quasi-statique dans le sens des fibres, ce matériau a affiché un comportement élastique-fragile jusqu'à rupture. Soumis à un chargement orienté à 45° par rapport au tissu, la montée linéaire élastique au départ était suivie par une grande zone de déformation non-linéaire au-delà d'une déformation d'environ 0,5 %. Plusieurs mises en charge consécutives de la même éprouvette, chacune suivie par une décharge élastique, ont révélé une diminution significative du module élastique dans cette zone de non-linéarité. En plus, les cycles décharge-recharge se produisaient sous forme de boucles d'hystérésis, un comportement attribué par Hochard et Charles à des phénomènes d'endommagement : la décohésion entre fibres et matrice entraîne la dissipation d'énergie par frottement à l'interface entre les fibres déchaussées et la matrice. L'alternance entre adhésion et glissement des fibres fait apparaître les boucles d'hystérésis.

Deletombe et Delsart [Del98] ont étudié le comportement d'un stratifié tissé carbone/époxy non-spécifié (« standard ») en traction, compression et cisaillement induit. Ce dernier désigne le chargement de composites (à fibres longues UD-croisées ou tissées) en traction à un angle de 45° par rapport aux fibres, ce qui mène à un état de contrainte dominé par le cisaillement à l'intérieur du matériau [EN98]. Comme Hochard et Charles, Deletombe a trouvé un comportement linéaire en traction et en compression dans le sens des fibres. Par contre, un essai de cisaillement induit sur le même matériau (traction à 45° par rapport au tissu) a fourni un comportement fortement non-linéaire avec une déformation à rupture d'environ 10%. Quand la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{12}$ est augmentée (jusqu'à 50s⁻¹), la contrainte à rupture σ_{12}^R du matériau s'accroît considérablement.

La grande zone de non-linéarité du composite chargé à 45° ainsi que l'importante déformation à rupture sont des résultats remarquables compte tenu du comportement généralement élastique fragile des composants seuls. Ces constats se trouvent pourtant confirmés par des études effectuées sur des empilements de plis unidirectionnels croisés $[\pm 45]_{ns}$. Ladevèze et Le Dantec

[Lad92] ont caractérisé un empilement $[\pm 45]_{2s}$ de plis UD de fibres T300 renforçant la même matrice époxy 914. Comme le composite tissé, ce matériau montre un comportement non-linéaire à partir d'une valeur « seuil » de déformation d'environ 0,25 %. Exprimée en termes de cisaillement, la contrainte à rupture σ_{12}^R s'élève à 92 MPa. Avec une valeur entre 3 et 3,5 %, la déformation à rupture ε_{12}^R du matériau semble relativement modeste.

Pour un matériau du même type, notamment un empilement $[\pm 45]_{ns}$ de plis UD d'un composite carbone/époxy non spécifié, Deletombe et Delsart [Del98] ont confirmé ce comportement non-linéaire sous un chargement orienté à 45° par rapport aux fibres. Comme auparavant pour le stratifié tissé, ils constatent une augmentation de la contrainte à rupture quand la vitesse de déformation s'accroît (gamme de vitesses étudiées : 10^{-3} à 50 s^{-1}).

2.3 Les techniques expérimentales utilisées

Une campagne d'essais mécaniques a été initiée dont l'objectif était de déterminer l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique initial et son développement au cours de l'endommagement du matériau. Les moyens utilisés sont des essais de traction uniaxiale en quasi-statique et à des vitesses de déformation élevées. Les techniques expérimentales utilisées seront décrites par la suite du présent paragraphe.

La démarche expérimentale pour suivre l'évolution du comportement mécanique en fonction du chargement prévoit plusieurs mises en charge de la même éprouvette à des niveaux de déformation croissants. Le module d'élasticité est repéré lors de chaque mise sous traction de l'éprouvette ce qui permet de suivre son évolution en fonction du niveau de chargement précédemment atteint. La diminution du module servira de critère macroscopique de la dégradation du matériau entraînée par l'avancement de l'endommagement.

La même démarche sera appliquée à plusieurs vitesses de déformation pour mettre en évidence l'influence de la vitesse sur le développement de l'endommagement. Pour les essais en quasi-statique, cette démarche consiste en plusieurs cycles de charge et décharge. A vitesse de déformation élevée, il est plus difficile d'interrompre le chargement avant la rupture de l'éprouvette pour réaliser une décharge élastique : une fois mise en marche, le mouvement rapide de la machine ne peut pas être arrêté à mi-parcours. Dans ce cas, on se sert de la technique des « fusibles » mécaniques pour interrompre le chargement. Cette technique sera décrite en détail au paragraphe 2.3.3.

2.3.1 Le dispositif expérimental des essais de traction à vitesse élevée

Le Laboratoire dispose d'une machine de traction hydraulique (SCHENCK Hydropuls VHS 50/20) conçue pour des essais de traction à des vitesses comprises entre 10^{-2} et environ 20m/s (déplacement du mors mobile). La vitesse de déplacement est maintenue constante pendant l'essai grâce à un système hydraulique équipé des vannes avec des orifices de taille variable. L'accélération de la partie mobile de la machine est assurée par un système coulissant constitué d'un piston qui se déplace à l'intérieur d'un cylindre couplé mécaniquement au vérin hydraulique. Ce dispositif permet d'accélérer la masse importante du vérin à la vitesse commandée sur une course d'environ 135 mm. A la fin de cette course d'accélération, quand le système arrive à sa butée, l'éprouvette est mise sous charge. Un joint de caoutchouc placé entre le piston et le cylindre permet d'atténuer l'impact de la mise en charge de manière à réduire les phénomènes de rebond et de vibration. La **Figure 2.3** montre un schéma du dispositif.

Un capteur de force d'une capacité de 50 kN est monté sur la partie fixe (partie supérieure) de la machine. L'asservissement de la machine est effectué en vitesse de déplacement du vérin hydraulique. Le déplacement réel du vérin est mesuré par un capteur inductif à noyau plongeur (LVDT). La vitesse réelle peut différer jusqu'à 20% de la valeur commandée. Parmi les techniques de mesure de déformation disponibles au sein du Laboratoire, la mesure par des jauges d'extensométrie a été jugée comme étant la technique la plus fiable. L'acquisition des mesures effectuées à vitesse élevée est assurée par une carte d'acquisition à haute fréquence (PICOTECH ADC 212-3).

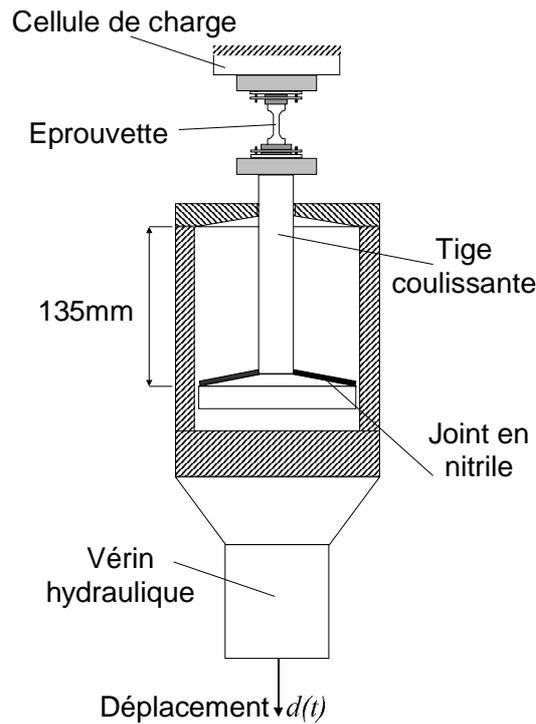


Figure 2.3 : Dispositif d'accélération de la machine de traction à vitesse élevée (SCHENCK Hydropuls VHS 50/20).

L'éprouvette est chargée à partir du moment où le cylindre entraîne le piston. Pendant un certain temps de montée t_m , le joint est écrasé et l'éprouvette subit une phase de montée en vitesse de déformation. Idéalement, cette phase est de courte durée et suivie par un palier de vitesse constante maintenue jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La **Figure 2.4** montre le profil idéalisé du déplacement imposé à l'extrémité inférieure de l'éprouvette.

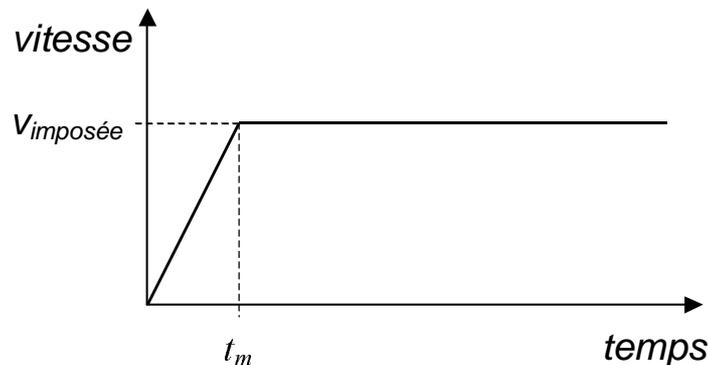


Figure 2.4 : Vitesse de déplacement – profil imposé au bout inférieur de l'éprouvette.

Contrairement aux conditions d'un chargement en quasi-statique, la sollicitation à vitesse élevée fait intervenir des effets dynamiques entraînant des phénomènes instationnaires. Comme le temps de montée t_m est court devant le temps de relaxation mécanique du matériau, l'état de déformation provoqué est inhomogène sur la longueur de l'éprouvette. Ce phénomène se traduit par une onde de déformation se propageant en direction longitudinale de l'éprouvette et entraînant des concentrations locales de déformation. Cette onde est susceptible de modifier le type de chargement en superposant des composantes périodiques au chargement imposé. Ceci se traduit par des oscillations dans les mesures d'effort et de déformation. Une fois déclenchée, l'onde subit

de multiples réflexions aux endroits de changement d'impédance du milieu, par exemple aux mors de fixation, aux bords de l'éprouvette et aux variations de section (raccords). Grâce à la capacité d'amortissement du matériau même, la déformation a tendance à se stabiliser au cours d'un essai. Pour qu'un essai soit représentatif du comportement du matériau, il est essentiel d'atteindre cet état de stabilisation (état « quasi-homogène ») caractérisé par l'uniformité de la vitesse de déformation sur la zone utile. En général, on suppose qu'un état de chargement dit quasi-homogène soit atteint au bout de dix périodes de l'onde, une période consistant en un aller et un retour de l'onde sur la longueur (entre mors) de l'éprouvette. [Par01]

La vitesse de propagation v d'une onde mécanique dans un matériau anisotrope varie en fonction de la direction de propagation. Elle est estimée à partir de la masse volumique ρ et du module d'élasticité E_p du matériau dans la direction principale de propagation.

$$v = \sqrt{\frac{E_p}{\rho}} \quad (2.2)$$

L'amplitude de l'onde dépend de l'intensité de l'impact exercé lors de la mise sous charge. Le joint d'amortissement placé entre le piston et le cylindre réduit l'amplitude des ondes, mais, en même temps, il augmente le temps de montée nécessaire pour atteindre la vitesse de déformation de l'essai.

Les difficultés liées aux effets dynamiques impliquent des critères de validité supplémentaires à ceux d'un essai de traction quasi-statique :

1. Le premier critère concerne la vitesse de déformation : la montée en vitesse au début de l'essai doit être suffisamment rapide pour que la vitesse de consigne soit atteinte au moment où la première mesure valable est prise. Il en résulte l'intérêt de réduire le temps de montée t_m en utilisant un joint d'amortissement de faible épaisseur. Par contre, plus la montée en vitesse est rapide, plus l'amplitude de l'onde déclenchée est grande et par conséquent, plus les hétérogénéités de déformation sont importantes.
2. Comme deuxième critère de validité, on exige que l'état de déformation quasi-homogène soit atteint pendant les premières microsecondes du chargement, idéalement, avant que les mesures soient prises. Les ondes de choc enclenchées par une mise en charge trop abrupte et la localisation de la déformation en résultant peuvent conduire à une rupture précoce de l'éprouvette.

Afin de respecter ces critères de validité, la mise au point d'un essai de traction à vitesse élevée nécessite une adaptation mutuelle entre le profil de chargement (le paramètre t_m) et la géométrie de l'éprouvette. L'objectif de cette démarche est d'effectuer une mise en charge suffisamment rapide pour que la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ imposée soit atteinte rapidement, tout en réduisant au minimum les phénomènes instationnaires déclenchés par le chargement subi. Un outil couramment utilisé pour optimiser les paramètres d'un essai de traction rapide est la simulation numérique de la mise en charge d'une éprouvette par l'intermédiaire d'un code de calcul en éléments finis. Pour notre étude, la simulation a été effectuée sur le code ABAQUS implicite. Elle est décrite en détail au paragraphe suivant.

2.3.2 L'optimisation des essais par simulation numérique

Pour simuler la mise en charge rapide d'une éprouvette de traction, les hypothèses suivantes ont été adoptées :

1. Le profil de la mise en charge consiste en une montée en vitesse linéaire suivie par un palier de vitesse constante. (**Figure 2.4**)
2. Dans plusieurs études précédentes, une éprouvette de géométrie haltère s'est avérée être bien adaptée à un chargement à vitesse élevée [Par01, Del95]. Les endroits de transition de section (raccords) représentent des changements d'impédance. Ils entraînent des réflexions multiples et facilitent ainsi l'amortissement de l'onde.

A côté de ces deux conditions retenues au préalable, les paramètres variables dans la démarche de mise au point étaient le temps de montée t_m et les dimensions de l'éprouvette, notamment L_1 et L_3 – la largeur et la longueur de la zone utile respectivement, L_2 – la longueur entre mors de l'éprouvette, R – le rayon de raccordement et l_t – la largeur totale de l'éprouvette.

Comme il s'agit d'un stratifié, une modélisation en 2D a été considérée comme adaptée. Le maillage utilisé consiste en 380 éléments de type coque (Shell S4R). En utilisant des éléments de ce type, la sollicitation est supposée constante selon la direction de l'épaisseur du matériau. Comme la charge est orientée parallèlement au pli, un calcul EF confiné à l'échelle du pli paraît justifié. (**Figure 2.5**)

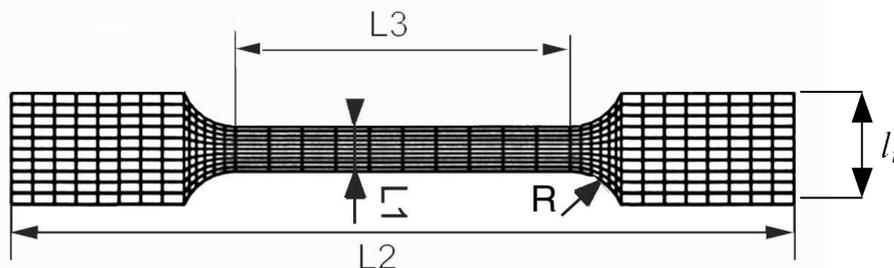


Figure 2.5 : Maillage utilisé pour les simulations numériques – paramètres de géométrie.

Tandis que l'extrémité supérieure de l'éprouvette était immobilisée dans toutes les directions de l'espace par des conditions aux limites introduites dans le calcul, un déplacement selon le profil décrit par la **Figure 2.4** a été imposé à son extrémité inférieure. La vitesse de déplacement a été choisie pour entraîner une vitesse de déformation de la zone utile d'environ 100 s^{-1} . Les propriétés mécaniques utilisées pour le calcul correspondent à celles données par le **Tableau 2.3** du paragraphe précédent. L'orientation du tissu de renfort (45° par rapport à la charge) a été prise en compte en introduisant le module ORIENTATION propre au code de calcul ABAQUS. En tenant compte du fait qu'une telle simulation ne représente qu'une approximation du chargement réel, nous avons choisi d'attribuer au matériau un comportement élastique-fragile jusqu'à rupture. Tout comportement anélastique, soit-il dû à la plasticité ou à l'endommagement, est lié à une dissipation d'énergie mécanique et conduit donc à un amortissement de l'onde. Une simulation fondée sur un comportement purement élastique permet de se placer dans les conditions les plus défavorables vis-à-vis des conditions de validité de l'essai. Une géométrie d'éprouvette qui donne de bons résultats sous de telles conditions sera considérée comme adaptée aux conditions réelles plus favorables.

L'optimisation par simulation, à l'issue de laquelle l'éprouvette haltère utilisée a été dimensionnée, passe par plusieurs étapes. D'abord, le temps de montée t_m imposé au profil de chargement a été fixé à une première valeur de $1\mu s$, ce qui correspond au cas d'absence de joint amortissant et donc au cas le plus défavorable. En faisant varier t_m , un temps de montée de $100\mu s$ s'est avéré être un bon compromis pour maîtriser les conditions de la mise en charge. Dans un essai réel, ce temps de montée peut être réalisé en utilisant un joint en nitrile d'une épaisseur de $1,5mm$ [Par01]. Une deuxième adaptation fondamentale de l'éprouvette concerne sa longueur entre mors L_2 . La direction principale de propagation de l'onde est la direction longitudinale de l'éprouvette (45° par rapport au renfort). La raideur du matériau dans cette direction est relativement faible : $E^{45^\circ} \approx 17,2$ GPa par rapport à $E^0 \approx 60,3$ GPa (valeurs de calcul). Une longueur entre mors entre 100 et $120mm$, couramment utilisée dans le domaine des polymères renforcés, s'est avérée être trop grande (**Figure 2.6**). Dans ce cas, la phase de stabilisation (10 allers et retours) de l'onde est plus longue que la durée totale de l'essai (temps jusqu'à atteindre la contrainte à rupture). La réduction de L_2 à $40mm$ augmente considérablement le nombre de trajets de l'onde par intervalle de temps et permet donc d'atteindre rapidement l'état de chargement quasi-homogène (**Figure 2.7**).

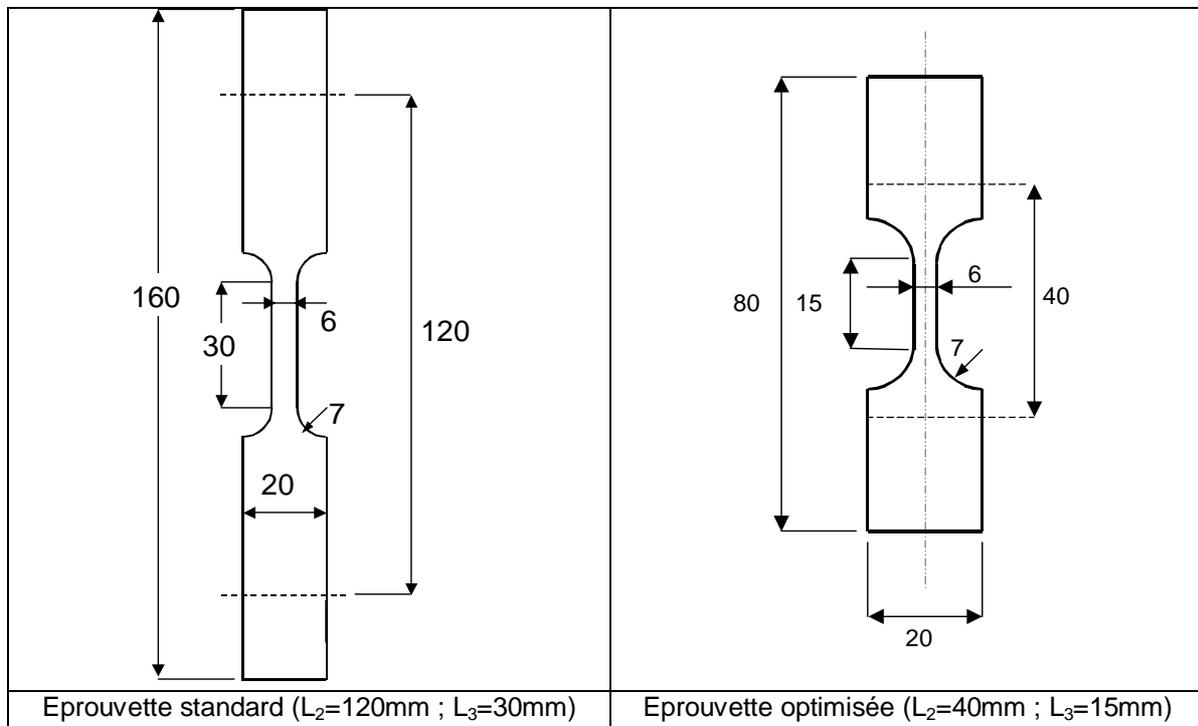


Figure 2.6 : Eprouvette de traction, géométrie habituelle et géométrie optimisée.

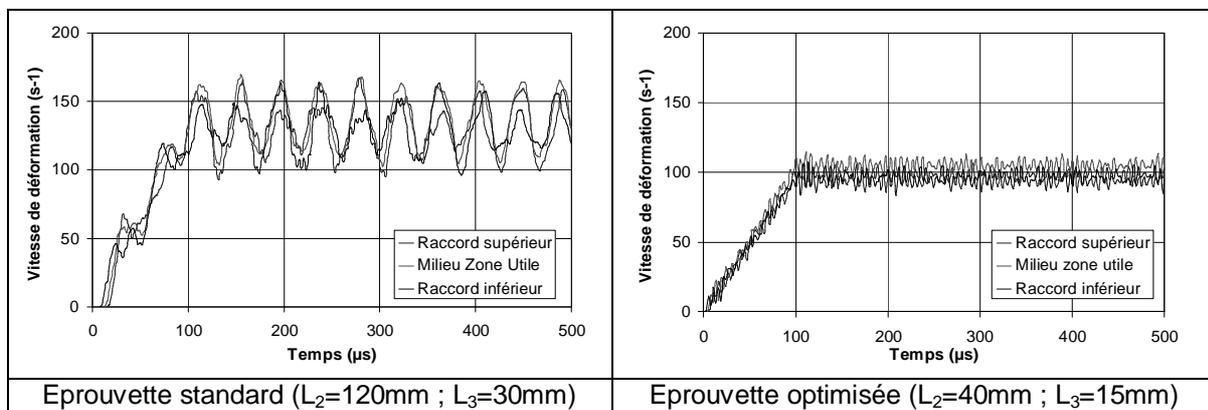


Figure 2.7 : Montée en vitesse de déformation dans la zone utile de l'éprouvette.

L'uniformité de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur la zone utile est davantage améliorée par une petite longueur utile L_3 . La vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est tracée sur la longueur de l'éprouvette (**Figure 2.8**). Pour l'éprouvette optimisée (à droite), une distribution uniforme de $\dot{\epsilon}$ sur la zone utile (plateau) est atteinte au bout de $160\mu\text{s}$ (c'est à dire à environ $1,5 \cdot t_m$), tandis que, pour l'éprouvette standard soumise au même chargement, un état comparable n'a pas été atteint en $500\mu\text{s}$ (fin de la simulation). L'optimisation des paramètres t_m , L_2 et L_3 permet donc de respecter les deux critères de validité évoqués au paragraphe précédent.

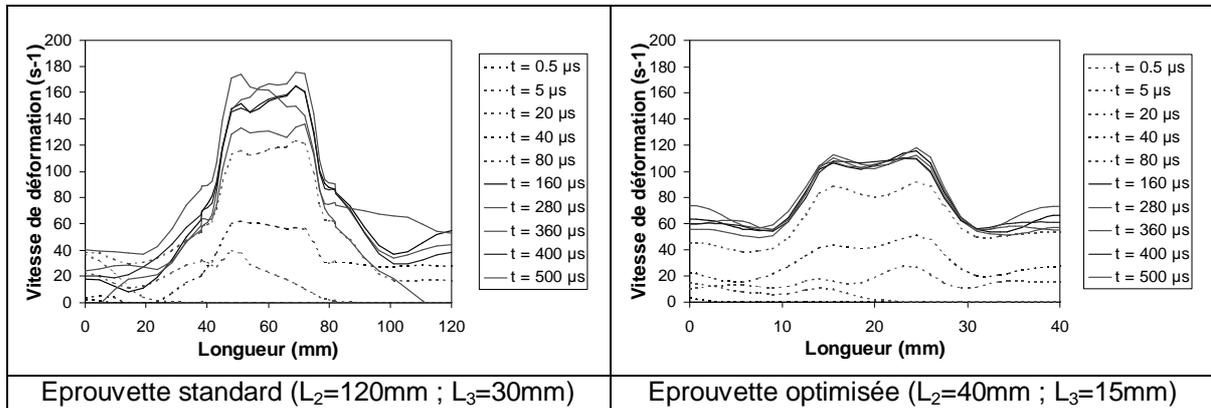


Figure 2.8 : Stabilisation de la vitesse de déformation sur la longueur.

L'uniformité de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur la largeur de l'éprouvette pourrait être davantage améliorée en réduisant la largeur de la zone utile L_1 . Une petite largeur L_1 permet de réduire les concentrations de contraintes au niveau des raccords de l'éprouvette et d'éviter ainsi une rupture hors de la zone utile. Toutefois, la largeur du motif élémentaire répétitif du tissu de renfort a été considérée comme valeur minimale pour L_1 (cf. **Figure 2.1**). Nous remarquons que ce choix a été fait de manière arbitraire et représente un compromis considérable par rapport au volume élémentaire représentatif (VER) du matériau. Pour être sûre de respecter le VER du stratifié, la zone utile devrait comprendre plusieurs motifs élémentaires. Etant donné qu'il s'agit d'un tissu *Satin 5*, le motif élémentaire consiste en 5×5 mèches (correspondant à environ $6 \times 6 \text{mm}$). Une éprouvette respectant le VER devrait donc disposer d'une zone utile de 20 à 30mm de large. Selon les simulations effectuées, cette largeur ne permet pourtant pas d'atteindre l'état de déformation quasi-homogène. Une éprouvette de ces dimensions n'aurait donc pas été adaptée au chargement à vitesse élevée.

Pour des raisons de pratique expérimentale, nous avons respecté un rapport de 2 à 3 entre la longueur et la largeur de la zone utile. Les dimensions ainsi retenues ($L_1=6\text{mm}$; $L_3=15\text{mm}$) sont considérées comme des valeurs minimales. Elles donnent des bons résultats en simulation, mais ne permettent pas d'exclure une influence de la géométrie sur le comportement mécanique observé. L'influence de la largeur totale l_t de l'éprouvette sur la distribution spatiale de $\dot{\epsilon}$ a été trouvée très faible. Elle a donc été choisie égale à 20mm, une valeur adaptée aux mors de la machine. La géométrie d'éprouvette finalement retenue pour les essais de cette étude est présentée **Figure 2.6** côté droit. Les éprouvettes ont été prélevées dans la plaque de stratifié (G803/914 [45]₈) par une découpe au jet d'eau.

2.3.3 Les essais de traction interrompus

Afin de pouvoir suivre le développement de l'endommagement du matériau sous sollicitation rapide, l'éprouvette doit être chargée plusieurs fois consécutives. Le niveau de chargement est augmenté d'une mise en charge à l'autre afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques. Il est donc indispensable d'interrompre les essais de traction avant que la rupture de l'éprouvette intervienne. Toutefois, la courte durée de l'essai de traction et l'inertie des masses en mouvement ne permettent pas d'arrêter la machine de traction avant la fin de course du vérin hydraulique. Pour pouvoir interrompre le chargement avant la rupture de l'éprouvette, il est nécessaire d'assembler l'éprouvette en série avec un élément fragile qui remplit la fonction d'un « fusible » mécanique : il est conçu pour rompre à un niveau de chargement prédéfini inférieur à la contrainte maximale de l'éprouvette. Après la rupture du fusible, l'éprouvette subit une décharge élastique. Cette approche a déjà été utilisée (entre autres) par Delaët et par Pardo [Del95, Par01].

Comme matériau du « fusible », nous avons choisi un PMMA coulé (poly-méthacrylate de méthyle) facile à usiner. Avec un module d'élasticité de 2,8 GPa et une contrainte à rupture de 70 MPa, ce matériau a un comportement principalement élastique fragile à température ambiante et dans la gamme de vitesses de déformation prévue. La géométrie du fusible est celle d'un barreau doublement entaillé. Les fonds d'entailles sont rendus plus aigus avec une lame de couteau afin de faciliter l'amorçage d'une fissure. (Figure 2.9)

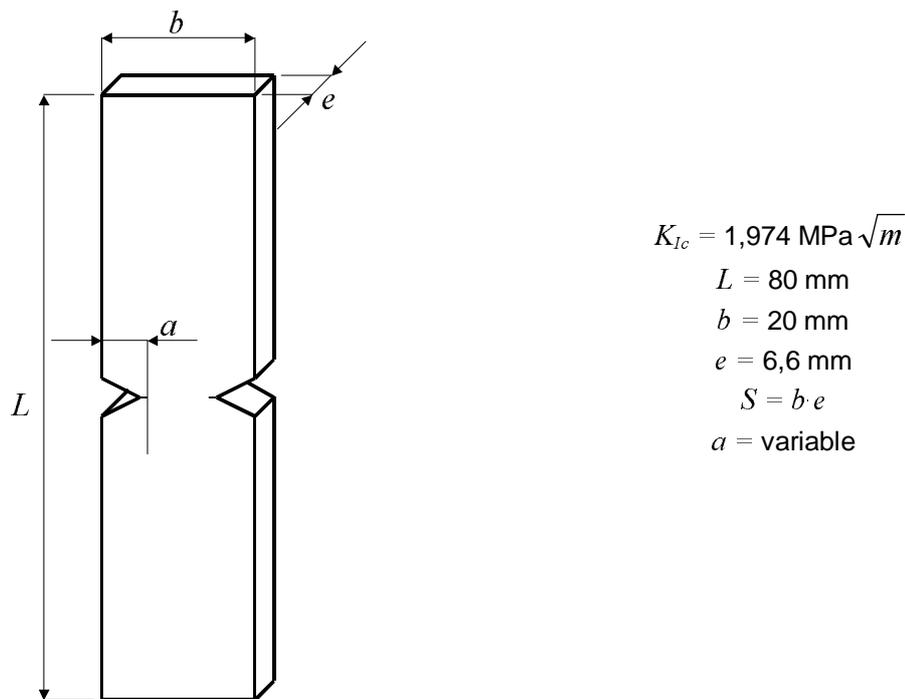


Figure 2.9 : Géométrie des « fusibles » utilisés lors des essais de traction interrompus.

Nous supposons que, dans les conditions données, la mécanique de la rupture soit applicable. L'équation (2.3) fournit des prévisions valables de la force à rupture F_R du fusible en fonction de la profondeur d'entaille a . [Par01]

$$F_R = \frac{K_{Ic} S}{\sqrt{\pi a}} \left[1 + 0,122 \cos^4 \left(\frac{\pi a}{2b} \right) \right]^{-1} \left[\frac{2b}{\pi a} \tan \left(\frac{\pi a}{2b} \right) \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (2.3)$$

K_{Ic} désigne le facteur d'intensité de contrainte critique du matériau PMMA, S la section du barreau non-entaillé, a la profondeur d'entaille et b la largeur du barreau. Connaissant la ténacité du

matériau PMMA ($K_{Ic}=1,974 \text{ MPa}\sqrt{m}$), on calcule une valeur approximative de l'effort maximal F_R en fonction de la profondeur d'entaille a pour les paramètres de géométrie (L , b et e) donnés. Dans notre cas, les paramètres e et b étaient limités à 6,6mm et 20mm respectivement pour respecter la géométrie des mors de la machine. Afin d'obtenir un effort à rupture entre 2000 et 5000N, la profondeur d'entaille varie entre 5mm et 1mm. La **Figure 2.10** montre que les valeurs de F_R obtenues expérimentalement restent légèrement inférieures aux valeurs du calcul.

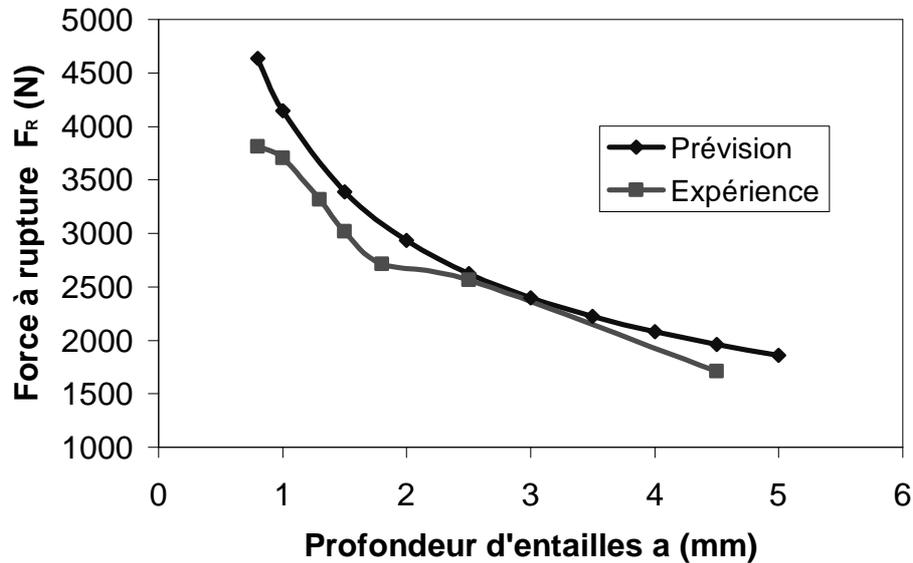


Figure 2.10 : Rupture des fusibles en fonction de la profondeur des entailles.

Un « montage intermédiaire » a été fabriqué pour assembler l'éprouvette et le fusible. Lors d'un essai à vitesse élevée, ce montage est soumis au même chargement que l'éprouvette. Comme matériau, nous avons choisi un acier XC 48, un matériau suffisamment rigide pour que la déformation élastique du montage au cours de l'essai soit négligeable. **Figure 2.11** montre l'assemblage complet réalisé pour les essais de traction interrompus.

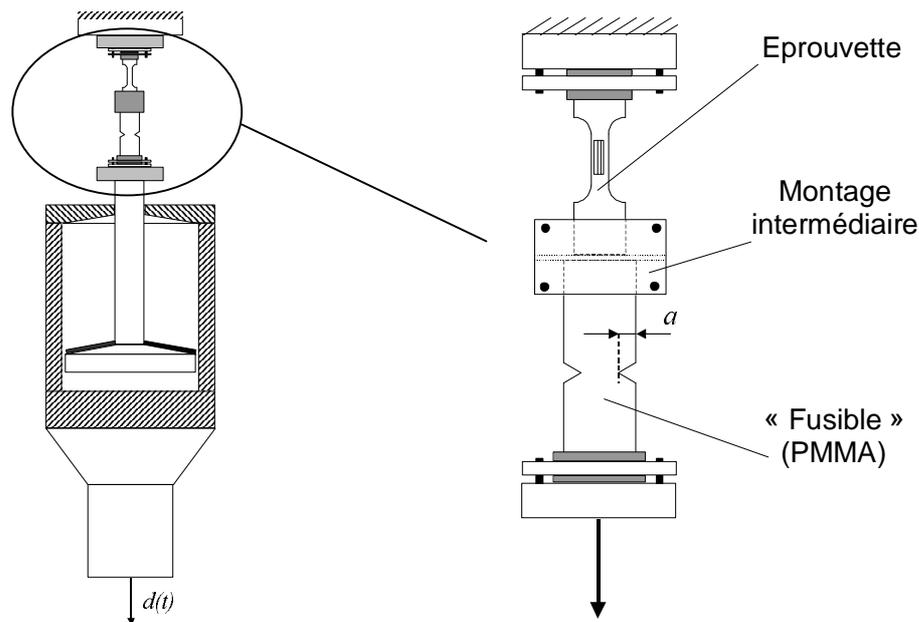


Figure 2.11 : Configuration des essais interrompus par l'intermédiaire d'un « fusible ».

Etant donné que le chargement est interrompu par la rupture du fusible, la décharge élastique de l'éprouvette est subite et intervient à vitesse de déformation élevée. Au moment où le fusible casse, l'éprouvette est en déformation élastique. L'énergie ainsi emmagasinée est restituée immédiatement après la rupture du fusible et entraîne un mouvement oscillatoire du montage intermédiaire. La décharge ressemble donc à un chargement périodique atténué jusqu'à ce que l'énergie élastique du départ soit amortie. Nous remarquons que la vitesse de déformation à la décharge n'est pas identique à celle de la mise en charge.

2.3.4 Les dispositifs expérimentaux des essais de traction quasi-statiques

Une machine de traction mécanique (INSTRON 5581) a été utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques du stratifié lors d'un chargement statique. Elle permet d'effectuer des essais de traction à des vitesses de déformation de l'ordre de 10^{-4} à 10^{-3} s^{-1} . La mesure de l'effort de traction est effectuée par une cellule de charge disposant d'une capacité de 50 kN. Le déplacement réel de la traverse est mesuré par un capteur intégré dans la machine. Ici, un extensomètre à lames s'est avéré être le moyen le plus adapté pour mesurer les grandes déformations atteintes lorsque le stratifié est chargé à 45° par rapport au tissu de renfort. L'asservissement de la machine est effectué en déplacement de traverse, typiquement à une vitesse de 0,5 mm/min conduisant à une vitesse de déformation de $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les éprouvettes utilisées. En quasi-statique, la décharge est effectuée à la même vitesse que la mise en charge. Les cycles de charge-décharge ont été pilotés en effort de traction.

Parmi les critères de validité des essais de traction quasi-statique, on note avant tout le bon alignement des mors de fixation pour que la charge soit appliquée selon l'axe de l'éprouvette. Cela permet d'obtenir une sollicitation uni-directionnelle du matériau. Un essai est considéré comme valable si la rupture intervient dans la zone utile et si l'enregistrement de la déformation ne porte pas de signe de glissement de l'extensomètre jusqu'à rupture de l'éprouvette. Pour des raisons pratiques, les éprouvettes utilisées en traction quasi-statique et à vitesse de déformation élevée sont identiques en géométrie. Cette géométrie provient de la mise au point par simulation numérique effectuée pour les essais à vitesse élevée. Les détails de cette démarche ont été décrits dans le paragraphe 2.3.2.

La machine de traction « in-situ » permettant d'effectuer des essais de traction au sein de la chambre d'observation du MEB a déjà été utilisée pour comparer le stratifié élaboré par électrothermie diélectrique au matériau de la présente étude. Elle a donc été introduite au premier chapitre de ce manuscrit. (**Figure 1.57**)

Ici, cette machine a été utilisée pour analyser le développement de l'endommagement microscopique dans le stratifié chargé en traction quasi-statique. Les essais de traction in-situ nous serviront de référence pour l'endommagement observé lorsque le stratifié est chargé à vitesse élevée. Toutefois, les éprouvettes de géométrie haltère utilisées sur les deux autres dispositifs de traction ne sont pas adaptées à un essai de traction in-situ. A cause des raccords, le polissage de la tranche observée est difficile à effectuer. En plus, les dimensions des éprouvettes sont trop importantes par rapport aux dimensions de la machine : une telle éprouvette ne pourrait pas être chargée en traction. Pour l'ensemble de ces raisons, nous avons conservé les éprouvettes droites (forme de barreau avec talons) décrites au paragraphe 1.8.1. (**Figure 1.56**)

2.4 Résultats expérimentaux

2.4.1 Etude du comportement mécanique du stratifié G803/914

Le présent paragraphe sera consacré à la présentation et à l'interprétation des résultats obtenus en appliquant les techniques expérimentales détaillées au paragraphe précédent. Dans l'objectif de déterminer l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du stratifié carbone/époxy orienté à 45° par rapport à la direction de la charge, des essais de traction uniaxiale ont été effectués à plusieurs vitesses de déformation comprises entre 10^{-4} et 10^2 s^{-1} . La charge de traction a été appliquée dans le plan du pli à un angle de 45° par rapport au tissu de renfort (chargement « hors axe »). Dans la **Figure 2.12**, le repère du matériau est indiqué en noir (1,2,3) et celui du chargement en gris (x,y,z).

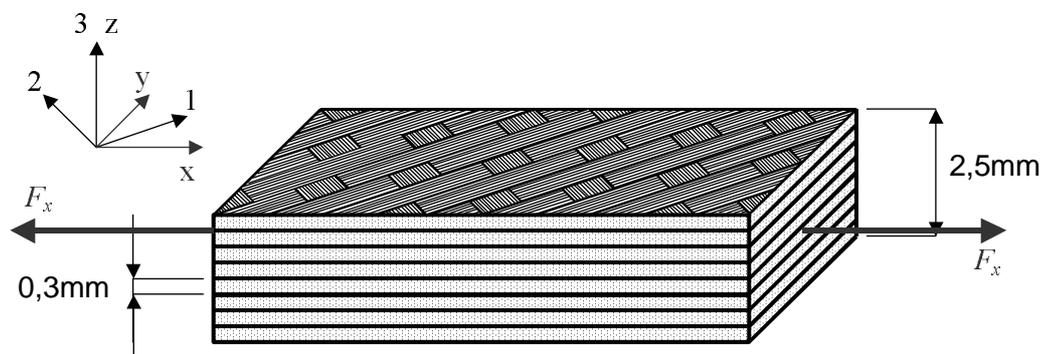


Figure 2.12 : Le stratifié carbone/époxy étudié, repère du matériau et repère du chargement.

Pour établir la référence, la réponse du stratifié à un chargement de traction quasi-statique a été déterminée en utilisant la machine mécanique (INSTRON) décrite au paragraphe 2.3.4. Les éprouvettes utilisées avaient la géométrie optimisée issue des simulations du chargement rapide. L'effort a été mesuré par un capteur intégré dans la traverse (partie mobile) de la machine. La mesure de la déformation a été effectuée par un extensomètre à lames. La validité de la mesure a été vérifiée par une jauge d'extensométrie (KYOWA KFG-6-120-C1-11L1M2R) collée sur la zone utile de l'éprouvette. Dans un premier temps, les essais ont été effectués à une vitesse de déplacement de la traverse de 0,3 mm/min ce qui a donné une vitesse de déformation de la zone utile de $1,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les éprouvettes utilisées.

Lors des essais à vitesse élevée sur la machine hydraulique (SCHENCK), l'effort de traction a été mesuré par la cellule de charge installée sur la partie fixe de la machine. Cette fois-ci, la mesure de la déformation a été assurée uniquement par la jauge (KYOWA KFG-6-120-C1-11L1M2R). L'enregistrement des signaux de force et de déformation a été effectué par la carte convertisseur A/D PICOTECH ADC-212-3 permettant des fréquences d'acquisition jusqu'à 3GHz. Les trois vitesses de déformation étudiées sont $0,5 \text{ s}^{-1}$, 25 s^{-1} et 60 s^{-1} .

Dans un premier temps, nous avons effectué des essais allant jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Les résultats obtenus montrent que la courbe de comportement se compose de deux phases : au début, une phase de déformation élastique-linéaire suivie par une phase plus étendue de comportement non-linéaire (**Figure 2.13**). La non-linéarité est l'allure typique de la courbe de traction du stratifié chargé à 45° par rapport aux fibres. Notre résultat confirme donc les études précédentes sur des matériaux comparables ([Hoc00], par exemple). Par la suite, nous appellerons « seuil de non-linéarité » ϵ_{sd} la valeur de déformation où la courbe de traction quitte le domaine linéaire-élastique. Ce point est caractérisé par un changement de pente de la courbe.

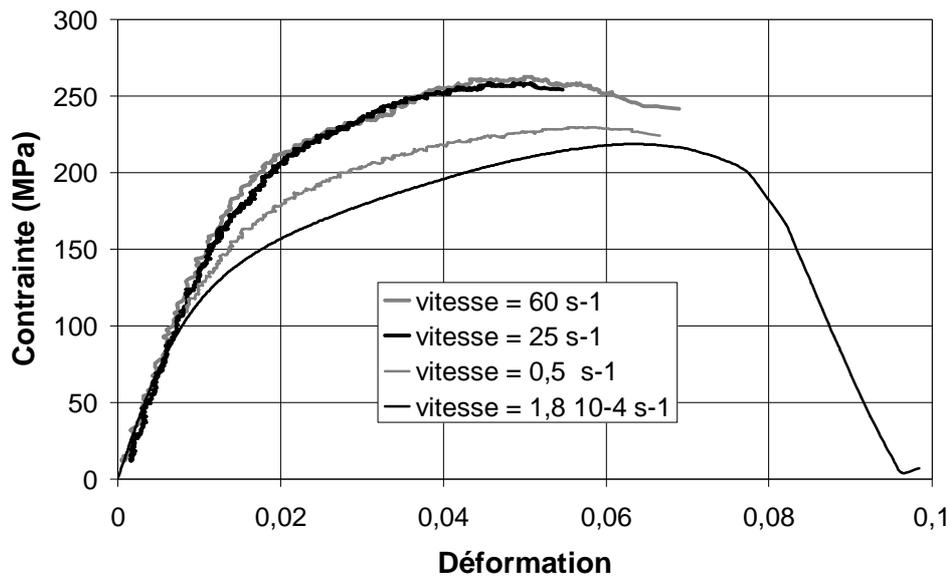


Figure 2.13 : Réponse du stratifié tissé G803/914 à un chargement de traction hors axe (à 45°) pour plusieurs vitesses de déformation.

Les courbes de traction obtenues pour les vitesses de déformation étudiées montrent que le module d'élasticité apparent dans la direction de la charge est relativement insensible à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$. Par contre, la vitesse de déformation joue sur le seuil du comportement non-linéaire : pour les vitesses de déformation plus élevées, le domaine linéaire est étendu vers des valeurs de contrainte et de déformation plus élevées. En plus, la contrainte maximale atteinte à 60 s^{-1} est 20% plus grande que celle du chargement quasi-statique. La déformation à rupture s'est avérée être plus difficile à déterminer, notamment lors des essais à vitesse élevée. Les résultats obtenus suggèrent que la déformation à rupture diminue quand la vitesse de déformation augmente. La **Figure 2.14** montre les évolutions en fonction de la vitesse de déformation de la contrainte maximale σ_{max} et de la déformation au seuil du comportement non-linéaire ϵ_{sd} . Les deux paramètres ont tendance à augmenter quand la vitesse de déformation s'accroît.

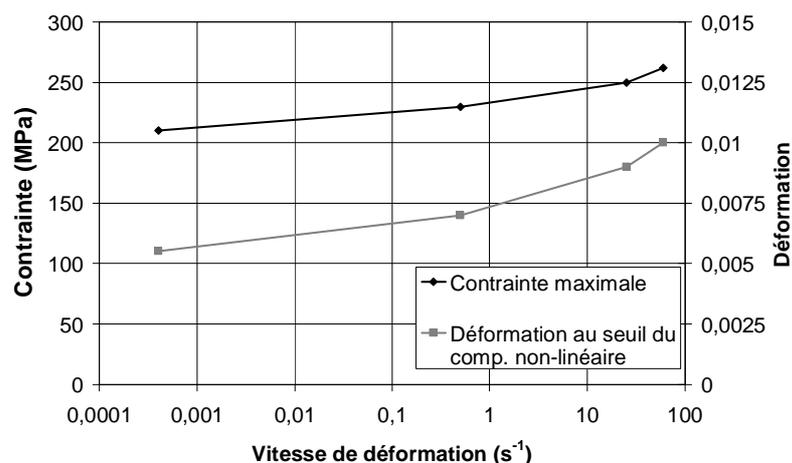


Figure 2.14 : Contrainte maximale et déformation au seuil du comportement non-linéaire tracées sur la vitesse de déformation.

2.4.2 Analyse de l'endommagement à l'échelle macroscopique

Suivant l'objectif d'analyser le développement de l'endommagement au cours du chargement du matériau, nous avons soumis le stratifié à plusieurs mises en charge consécutives. D'une mise en charge à l'autre, le niveau de déformation est augmenté successivement. Cette approche permet de suivre l'évolution du comportement mécanique au cours de la sollicitation.

Dans le cas d'un chargement quasi-statique, l'approche prévoit plusieurs cycles de charge-décharge appliqués à la même éprouvette. Comme le déplacement de la machine se fait à basse vitesse, le chargement peut être arrêté à tout moment pour réaliser une décharge élastique. Pour solliciter une éprouvette de traction à plusieurs reprises à vitesse de déformation élevée, nous avons utilisé la technique des essais interrompus décrits au paragraphe 2.3.3. D'une mise en charge à l'autre, le ligament du fusible utilisé a été successivement augmenté afin d'atteindre des niveaux de chargement de plus en plus élevés. Les courbes dans la **Figure 2.15** montrent que, dans le domaine du comportement non-linéaire, les cycles de charge-décharge font apparaître des boucles d'hystérésis. De nouveau, la contrainte maximale atteinte à 60s^{-1} est supérieure à la valeur correspondante en quasi-statique. La rupture intervient pourtant à une valeur de déformation 20% plus faible. On constate également qu'un chargement du matériau au-delà du seuil du comportement non-linéaire entraîne une déformation résiduelle repérée à la décharge. Selon Hochard et Charles [Hoc00], les boucles d'hystérésis et la déformation résiduelle sont principalement dues à des phénomènes de frottement entre les surfaces créées par l'endommagement, notamment les lèvres des fissures.

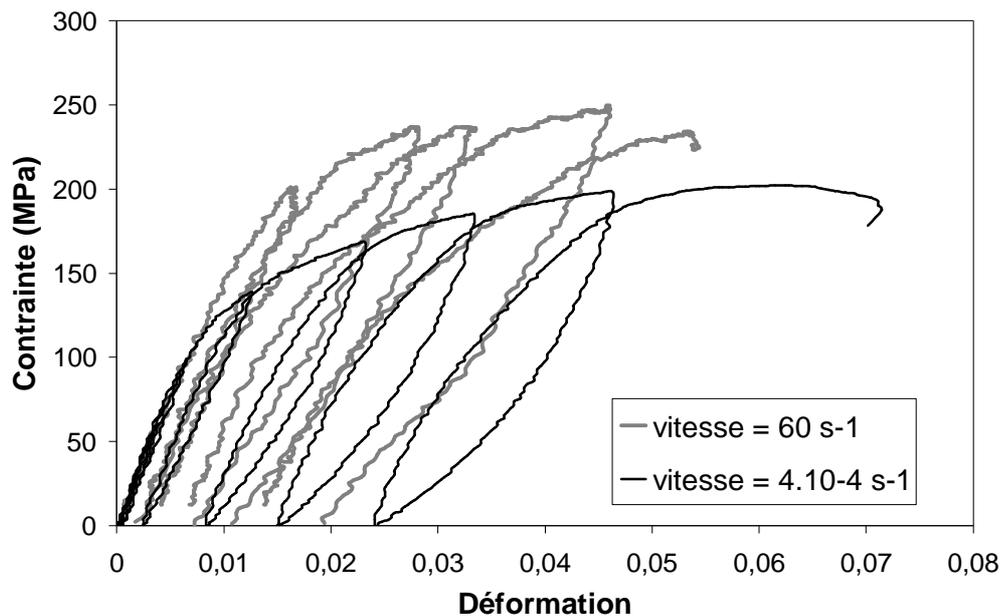


Figure 2.15 : Essais interrompus sur le stratifié G803/914 en quasi-statique et à $\dot{\epsilon} = 60\text{s}^{-1}$.

Définition du paramètre d'endommagement macroscopique D

Quand un matériau est sollicité dans le domaine du comportement élastique-linéaire, sa déformation est réversible. Un chargement au-delà du domaine élastique-linéaire peut déclencher des mécanismes de dégradation qui conduisent in extremis à la rupture du matériau. L'endommagement de la microstructure est un processus irréversible entraînant la détérioration du matériau. Ce phénomène peut être observé à différentes échelles. Dans un premier temps, on se place à l'échelle macroscopique, ce qui permet de considérer le matériau comme homogène. On

considère l'état initial du matériau avant la première mise en charge comme l'état de référence. Il s'agit du matériau sans défauts dus au chargement appliqué. Pour définir un paramètre d'endommagement macroscopique, nous nous sommes basés sur la mécanique de l'endommagement. Cette approche consiste à prendre l'évolution du module d'Young vu dans la direction de la charge appliquée comme indicateur d'endommagement. Ceci a été décrit (par exemple) par Lemaître et Chaboche [Lem85]. Le paramètre d'endommagement D correspondant est défini comme étant la perte relative du module repéré.

$$D = 1 - \frac{E_D}{E_0}. \quad (2.4)$$

Ici, E_0 est le module d'élasticité initial et E_D le module à l'issue d'un essai entraînant une déformation ε à une vitesse $\dot{\varepsilon}$ donnée. Lorsqu'on utilise des essais de traction uniaxiale pour la caractérisation du matériau, cette approche est limitée à la seule direction de la charge appliquée. Dans notre cas, la propriété suivie est donc le module apparaissant quand le stratifié est chargé à 45° par rapport au tissu de renfort (direction x dans la **Figure 2.12**). Le paramètre d'endommagement obtenu s'écrit alors

$$D = D_x(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = 1 - \frac{E_x^D(\varepsilon, \dot{\varepsilon})}{E_x^0} \quad (2.5)$$

Pour des raisons de simplicité, l'indice x est considéré comme sous-entendu par la suite du présent paragraphe. Dans notre cas, le module E_D est représentatif du chargement précédent, effectué à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ et entraînant une déformation ε . Comme E_D , le paramètre D est donc attribué aux conditions du chargement ayant entraîné l'état d'endommagement caractérisé.

Dans la présente étude, nous avons donc suivi l'évolution du paramètre D en fonction de la déformation atteinte et ceci pour différentes vitesses de déformation. Pour chaque vitesse de déformation étudiée ($1,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 25 s^{-1} et 60 s^{-1}), nous avons réalisé des essais de traction à plusieurs charges et décharges. Pour chaque mise en charge effectuée, le module apparent a été déterminé par régression linéaire sur la première partie de la courbe de traction obtenue. La méthode utilisée est montrée dans la **Figure 2.16**. Le premier chargement fournit E_0 alors que chaque mise en charge consécutive donne une valeur E_D .

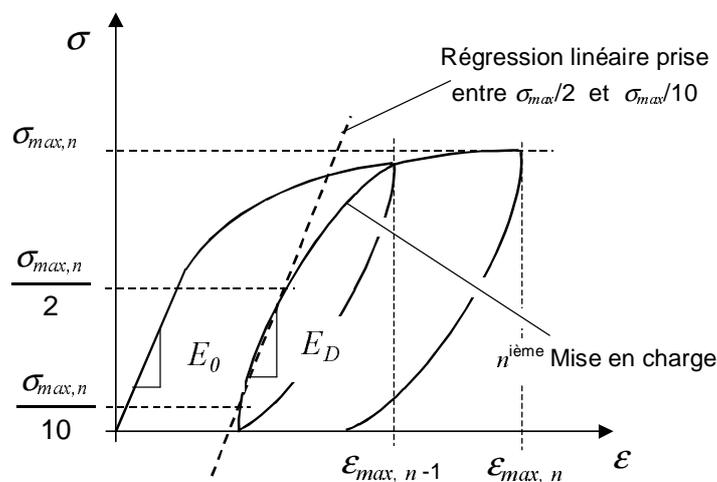


Figure 2.16 : Méthode utilisée pour déterminer le module apparent sur les courbes obtenues.

Même si la méthode utilisée n'est pas apte à donner un « vrai » module d'Young, elle a l'avantage d'être applicable de manière identique aux courbes obtenues en quasi-statique ainsi qu'à vitesse élevée. Le paramètre d'endommagement macroscopique D calculé selon l'équation (2.5) est représentatif de la perte relative de raideur par rapport à la valeur initiale. Il est considéré comme un paramètre relatif permettant notamment la comparaison des niveaux d'endommagement atteints. Les figures suivantes montrent les résultats obtenus lors de deux séries de charges et décharges en quasi-statique (**Figure 2.17**) et à la vitesse de $60s^{-1}$ (**Figure 2.18**). Comme la mise en charge précédente est considérée comme étant à l'origine d'un état d'endommagement donné, les valeurs de D sont tracées en fonction de la déformation maximale atteinte lors de la mise en charge précédente $\epsilon_{max, n-1}$.

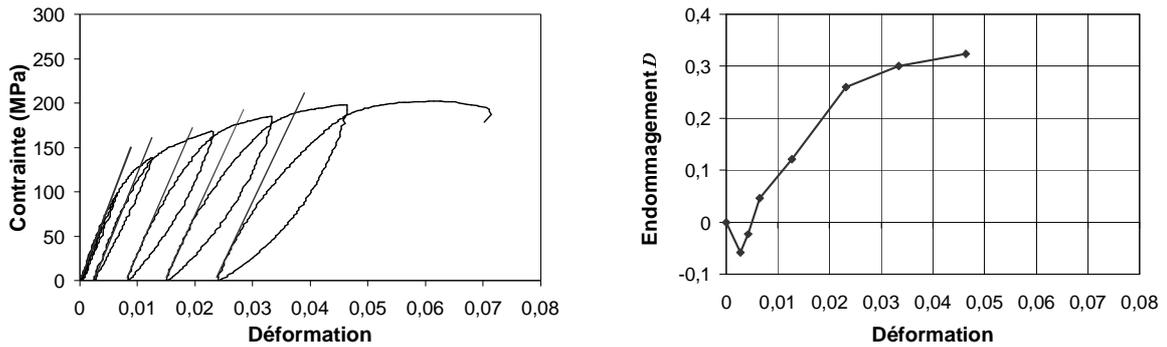


Figure 2.17 : Evolution du paramètre D , G803/914 chargé à 45° , vitesse $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-4} s^{-1}$.

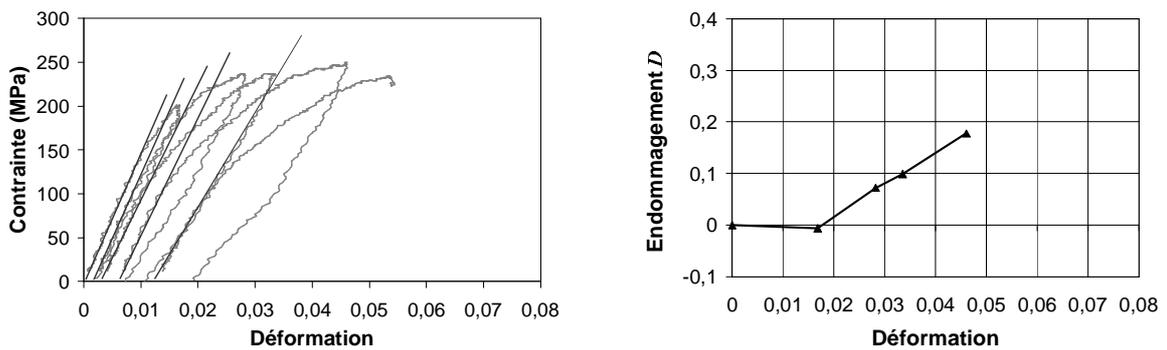


Figure 2.18 : Evolution du paramètre D , G803/914 chargé à 45° , vitesse $\dot{\epsilon} = 60 s^{-1}$.

La partie irréversible de la déformation mesurée (la déformation résiduelle) persiste même après une décharge complète de l'éprouvette. Il est donc justifié de considérer que la déformation résiduelle ne contribue pas au développement de l'endommagement lors d'une nouvelle mise en charge de la même éprouvette. Seule une déformation élastique qui s'ajoute à la déformation résiduelle peut engendrer un endommagement supplémentaire du matériau. La déformation élastique (partie réversible de la déformation totale) est donc considérée comme la force motrice de l'endommagement. Elle est calculée en soustrayant la déformation résiduelle de la déformation totale :

$$\epsilon_{\text{élastique}} = \epsilon_{\text{totale}} - \epsilon_{\text{résiduelle}} \quad (2.6)$$

Habituellement, le paramètre D est tracé en fonction de la déformation élastique. La **Figure 2.19** montre l'évolution du paramètre D pour les trois vitesses de déformation étudiées. Généralement, l'endommagement ne commence qu'à partir d'une valeur de déformation appelée le « seuil d'endommagement » ϵ_{se} . Pour le chargement en quasi-statique, la valeur de ϵ_{se} est d'environ 0,5%. Ensuite, le paramètre D passe par une phase de montée presque linéaire et montre une tendance

à se stabiliser. En quasi-statique, la valeur stabilisée est environ 0,35. Cette valeur est considérée comme la valeur d'endommagement critique D_c .

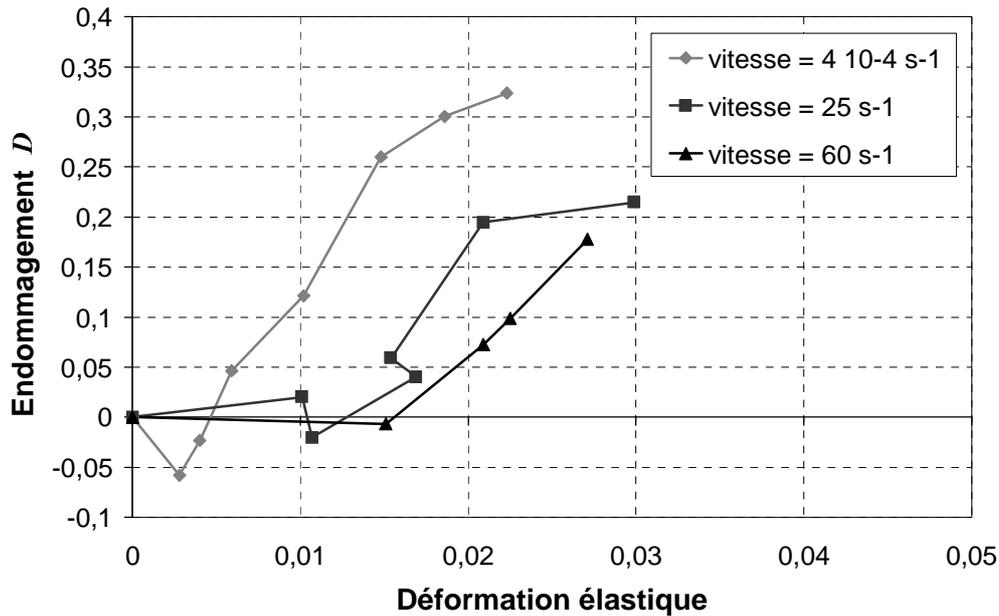


Figure 2.19 : Evolution du paramètre D en fonction de la déformation élastique.

Quand la vitesse de déformation augmente, la déformation au seuil d'endommagement ϵ_{se} s'accroît ce qui indique que développement de l'endommagement est retardé par rapport au chargement quasi-statique. Pour la pente des courbes $D(\epsilon_{élastique})$, les données disponibles suggèrent une relative indépendance de la vitesse de déformation. On remarque que la tendance de D d'atteindre une valeur de stabilisation n'a pas été retrouvée lors des essais à 60 s⁻¹.

Comme le seuil de comportement non-linéaire ϵ_{sd} (Figure 2.14), le seuil d'endommagement ϵ_{se} dépend de la vitesse de déformation. La Figure 2.20 montre l'évolution de ϵ_{se} pour les trois vitesses de déformation étudiées. Dans la gamme des vitesses balayées, ϵ_{se} est d'autant plus grand que la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est élevée.

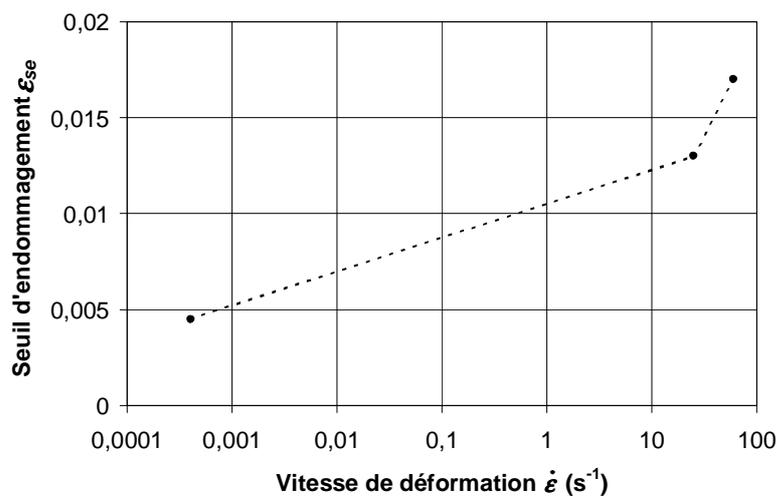


Figure 2.20 : Influence de la vitesse de déformation sur le seuil d'endommagement ϵ_{se} .

Les méthodes expérimentales employées dans cette première partie de l'étude se sont pourtant révélées être limitées. D'abord, l'utilisation des « fusibles » pour interrompre le chargement à vitesse élevée est mieux adaptée aux matériaux disposant d'un comportement linéaire-élastique. A priori, la présence du fusible limite l'effort maximal transmis à l'éprouvette. Toutefois, dans le cas du stratifié carbone-époxy chargé à 45°, la courbe contrainte-déformation s'aplatit fortement, une fois la limite élastique dépassée. Le développement de l'endommagement a principalement lieu dans une phase pendant laquelle l'effort de traction ne varie que très peu. Il est pourtant difficile de réaliser une incrémentation fine de l'effort maximal en faisant varier la profondeur des entailles des fusibles. Ceci serait pourtant nécessaire afin d'obtenir un plus grand nombre de valeurs D . La méthode ne donne pas non plus accès à la phase « post-pic » (la phase après que la contrainte a passé sa valeur maximale) pendant laquelle une grande partie de l'endommagement devrait avoir lieu.

L'utilisation d'un module « tangent » par régression linéaire sur la première partie des courbes de traction ne trouve pas l'unanimité des auteurs travaillant dans le même domaine. D'autres travaux proposent un module « sécant » tenant compte des deux points d'inversion du chargement de la boucle d'hystérésis. Il est évident que cette méthode conduit à des valeurs E_D plus faibles et, par conséquent, à des valeurs D plus élevées. Etant donné que pour les essais à vitesse élevée, les boucles ne sont pas fermées au point d'inversion inférieur, ici, les modules « sécants » n'auraient pas pu être utilisés. Les modules « tangents » utilisés ont tendance à surestimer la raideur à l'état endommagé. Si l'hystérésis observée est due à des phénomènes de frottement entre les surfaces créées par la fissuration, on peut s'attendre à ce que la largeur des boucles augmente avec la vitesse de déformation. Ceci devrait conduire à une surestimation supplémentaire de la raideur du matériau à vitesse de sollicitation élevée.

Pour résumer, nous constatons que l'endommagement du stratifié peut entraîner plusieurs phénomènes ayant une influence sur le comportement mécanique observé : non seulement la présence des fissures devrait réduire la raideur du matériau, mais aussi le frottement entre les surfaces créées par la fissuration est susceptible d'entraîner un effet visqueux. Il est donc probable qu'une superposition de plusieurs effets est à l'origine du comportement mécanique observé. L'analyse à l'échelle macroscopique ne permet pas de distinguer les différents phénomènes et ne fournit donc pas une description satisfaisante de l'endommagement. Pour l'ensemble de ces raisons, nous avons engagé une étude sur les phénomènes de l'endommagement à l'échelle microscopique. L'objectif de cette étude était d'analyser l'endommagement en tant que phénomène physique plutôt que ses effets sur les propriétés du matériau.

2.4.3 Analyse de l'endommagement à l'échelle microscopique

Suite aux observations à l'échelle macroscopique, l'étude microscopique engagée avait pour but d'analyser les phénomènes physiques de l'endommagement à l'échelle microscopique, notamment la dégradation de la microstructure : la création de défauts par fissuration. Il s'agit donc d'identifier les phénomènes d'endommagement observés pour différentes conditions de sollicitation et de quantifier cette observation par l'intermédiaire d'un paramètre d'endommagement microscopique.

La technique des essais de traction « in-situ » (essais sous microscope électronique à balayage) a été introduite au premier chapitre de ce manuscrit lorsqu'il s'agissait de comparer les stratifiés issus de deux procédés d'élaboration différents. Dans le présent chapitre, l'essai in-situ est utilisé pour analyser l'endommagement du matériau sous un chargement quasi-statique. Les résultats ainsi obtenus serviront de référence pour les observations faites sur les éprouvettes chargées à vitesse élevée. Toutefois, le dispositif de traction in-situ ne permet pas de charger le matériau à des vitesses élevées. Afin d'analyser l'endommagement microscopique entraîné par un chargement rapide, il a donc fallu réaliser la mise en charge de l'éprouvette séparément de l'analyse sous MEB. Pour ce faire, des éprouvettes de géométrie haltère optimisée (cf. paragraphe 2.3.2) ont été soumises à un essai de traction interrompu. Les essais ont été effectués sur la machine de traction rapide en utilisant la méthode des fusibles. Pour pouvoir préparer la surface d'observation comme décrit au paragraphe 1.8.1, nous avons ensuite découpé la zone utile des éprouvettes au niveau des raccords arrondis en utilisant une scie à disque diamanté (**Figure 2.21**). Ensuite, nous avons effectué le polissage de la tranche observée comme pour les éprouvettes droites utilisées in-situ.

Nous rappelons que l'image obtenue sous MEB fait apparaître une section des huit plis du stratifié. Comme les fibres sont orientées à un angle de $+45^\circ$ et -45° par rapport au plan d'observation, leur section apparaît sous forme d'une petite ellipse. On reconnaît également la mèche (le fil de base du tissu) : des amas constitués d'environ 3000 fibres (**Figure 2.21**). Sur l'image obtenue, le pli consiste en deux mèches adjacentes correspondant à deux fils croisés. La direction de la charge de traction appliquée est orientée parallèlement aux plis. Elle correspond à la direction verticale sur les photos montrées par la suite.

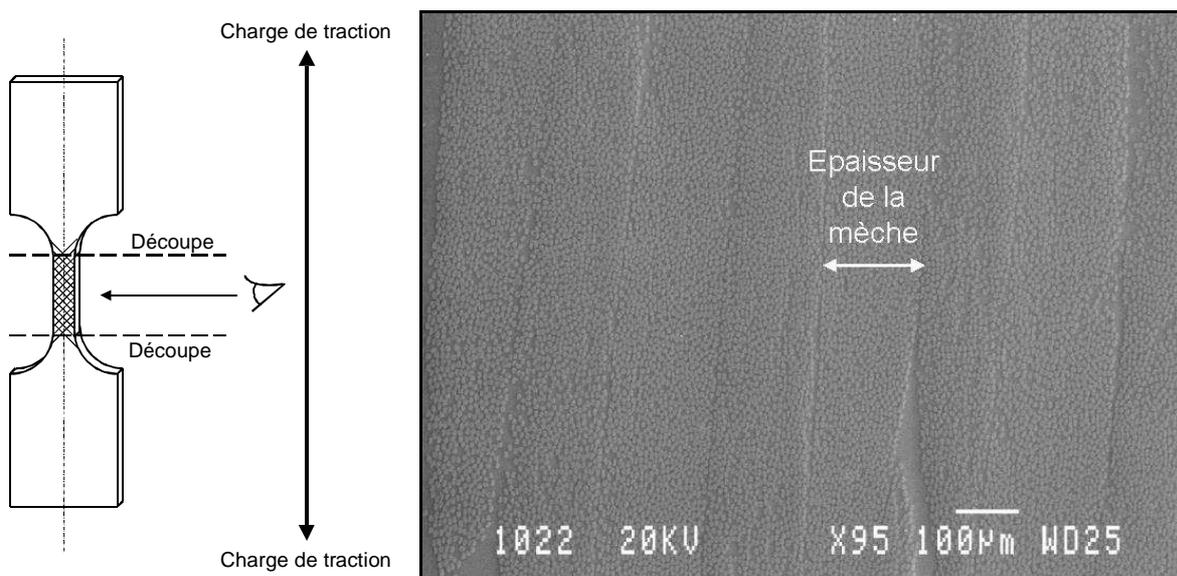


Figure 2.21 : Découpe de la zone utile de l'éprouvette - vue sur la tranche sous MEB.

Il est précisé que cette méthode ne permet plus de soumettre la même éprouvette à plusieurs chargements consécutifs à vitesse élevée. Contrairement aux essais de traction in-situ où la même éprouvette sert pour tous les niveaux de chargement analysés, les éprouvettes utilisées à vitesse élevée ne peuvent subir qu'une seule mise en charge à la suite de laquelle elles sont découpées. Ceci implique que, dans l'analyse de l'endommagement sous sollicitation rapide, une éprouvette différente a été utilisée pour chaque niveau de chargement étudié.

Dans le premier chapitre, nous avons constaté que le premier phénomène d'endommagement apparaissant à des niveaux de déformation encore relativement faibles est l'amorçage de microfissures près des interfaces entre les fibres et la matrice. Ensuite, les fissures commencent à se propager au travers de la matrice en contournant les fibres.

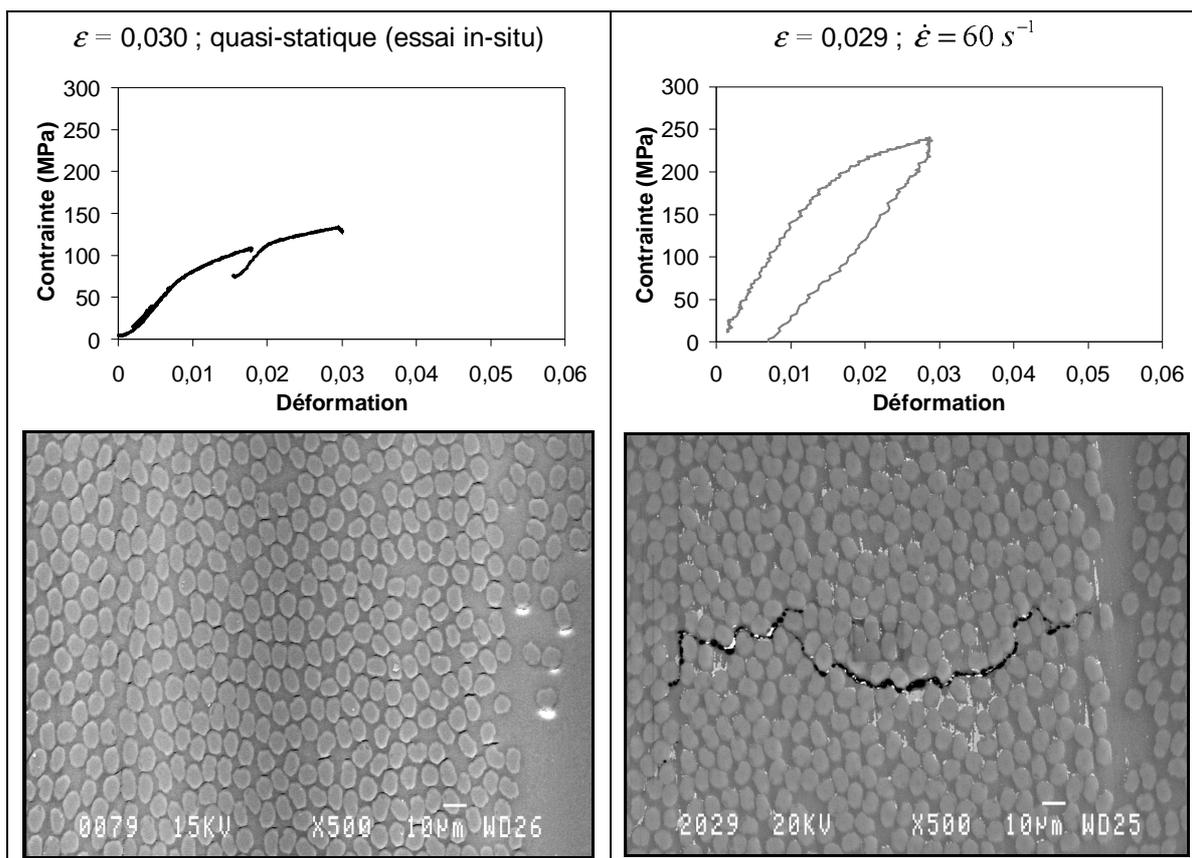


Figure 2.22 : Amorçage de fissuration obtenu selon les conditions de chargement : déformation de 3% par un chargement en quasi-statique (à gauche) et à 60 s^{-1} (à droite).

La **Figure 2.22** montre que, lors d'une sollicitation quasi-statique, la fissuration commence par la création d'une multitude de microfissures d'une longueur approximative égale au diamètre des fibres. Chaque microfissure ainsi créée représente un site d'amorçage de fissuration à partir duquel la propagation peut se produire. Par contre, sur l'éprouvette sollicitée à vitesse élevée, on observe des fissures singulières entourées par un matériau non-endommagé. Dès le début, l'endommagement semble être confiné à un petit nombre de sites et favoriser la propagation des fissures existantes par rapport à la création de nouvelles amorces. Evidemment, dans ce cas, la distribution de l'endommagement n'est pas uniforme sur la tranche observée. Le chargement à vitesse élevée conduit donc à un endommagement plutôt localisé pendant que le chargement statique entraîne un endommagement plus diffus.

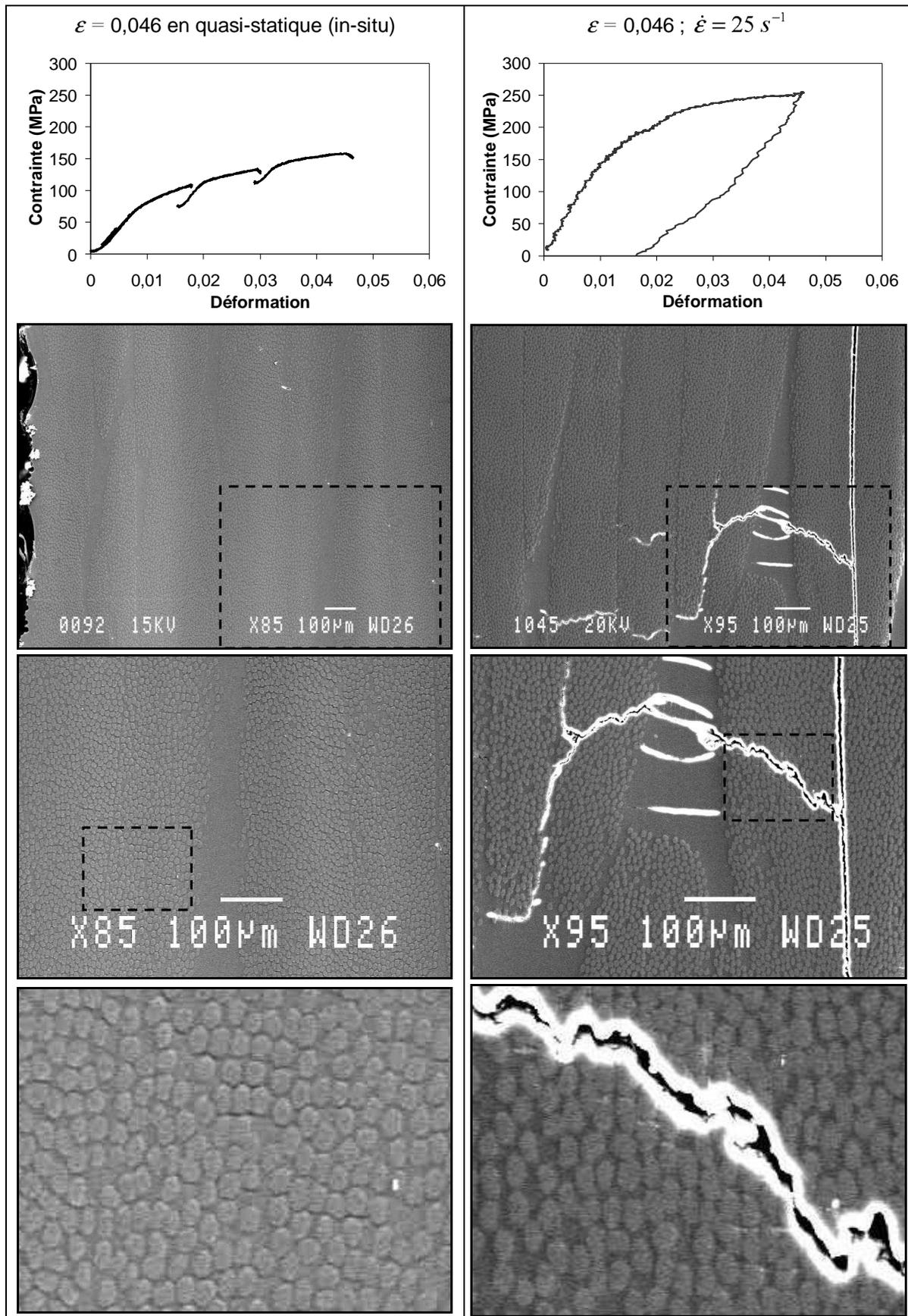


Figure 2.23 : Développement d'endommagement obtenu selon les conditions de chargement : déformation de 4,6% par un chargement en quasi-statique (à gauche) et à 25 s^{-1} (à droite).

La **Figure 2.23** confirme qu'à un niveau de déformation de 4,6%, l'éprouvette chargée en quasi-statique dispose d'un grand nombre de sites d'amorçage, mais la propagation des fissures est encore très peu avancée. Le matériau chargé à vitesse élevée (ici : 25 s^{-1}) ne dispose que d'un petit nombre de fissures dont la propagation est déjà très avancée : la même fissure traverse plusieurs mèches et dépasse la hauteur de l'image en longeant une interface entre plis. Pourtant, aucune microfissure n'a été détectée en proximité de cette fissure. Les photos agrandies en bas de la figure montrent la différence entre les deux allures d'endommagement.

Définition du paramètre d'endommagement microscopique $f_{v,\varphi}$

Pour quantifier l'observation microscopique, nous avons cherché à définir un paramètre d'endommagement représentatif de l'état d'endommagement de la microstructure. Ce paramètre devait être une mesure de la concentration des fissures créées par la sollicitation dans le volume observé. Il s'agissait donc de calculer une fraction volumique de fissures définie comme étant le rapport entre le volume des fissures et le volume total. Compte tenu du fait que l'influence des fissures sur le comportement mécanique varie selon leur orientation par rapport au chargement appliqué, nous avons cherché à classer les fissures selon leurs orientations dans l'espace en plusieurs « familles ».

Afin d'estimer le volume d'une fissure, sa géométrie est assimilée à un ellipsoïde plat. Son volume peut alors être exprimé en fonction des longueurs des trois axes a , b et c de l'ellipsoïde.

$$V = \frac{\pi}{6} a b c \quad (2.7)$$

L'orientation de la fissure dans l'espace est décrite par les angles θ et φ . Ceci nous amène à déterminer cinq paramètres (trois longueurs et deux angles) pour décrire le volume et l'orientation de chaque fissure observée.

Nous avons considéré que la longueur l_i de la fissure comme mesurée dans le plan d'observation et le rayon r d'une fibre ($r=3,5\mu\text{m}$) correspondent aux deux axes transversaux (a et b) de l'ellipsoïde représentant la fissure. Nous avons donc choisi de ne pas tenir compte de l'ouverture de la fissure qui varie en fonction de la charge appliquée. L'angle apparent dans le plan d'observation entre la fissure et la direction de la charge (direction verticale) correspond à l'angle φ (**Figure 2.24**).

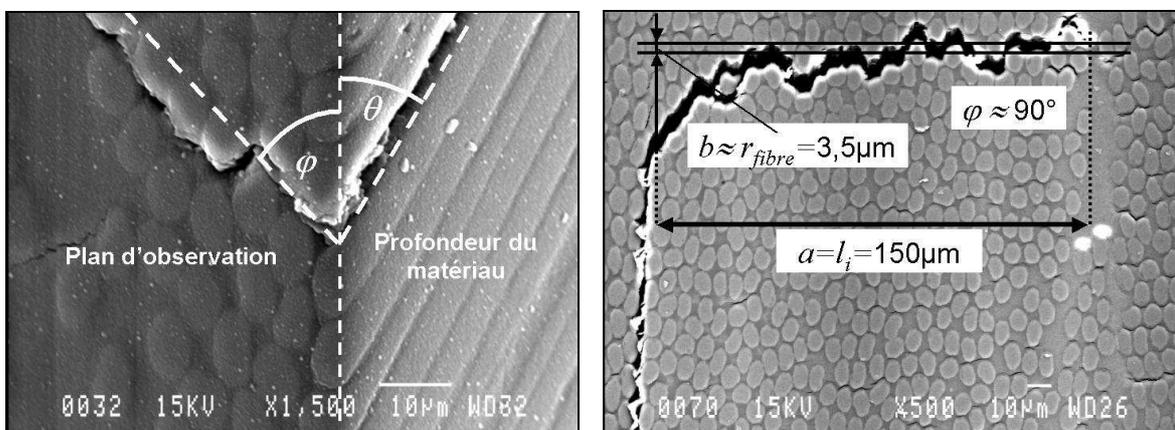


Figure 2.24 : Orientation des fissures. Description géométrique comme des ellipsoïdes plats.

Nous avons distingué quatre familles de fissures correspondant à quatre valeurs de φ :

- La famille 0° regroupe les fissures orientées dans la direction de la charge : $-22,5^\circ < \varphi < 22,5^\circ$.
- La famille 45° contient les fissures qui apparaissent à un angle $22,5^\circ < \varphi < 67,5^\circ$ par rapport à la direction du chargement.
- La famille -45° est définie en analogie à la famille 45° : $-67,5^\circ < \varphi < -22,5^\circ$.
- La famille 90° représente finalement les fissures orientées perpendiculairement à la charge dans le plan d'observation : $-67,5^\circ < \varphi < -90^\circ$ et $67,5^\circ < \varphi < 90^\circ$.

La longueur c du grand axe et le deuxième angle d'orientation θ de l'ellipsoïde ne peuvent pas être déterminés à partir du plan observé et doivent donc faire l'objet d'une hypothèse. Pour que cette hypothèse soit pertinente, nous avons effectué un polissage sur deux surfaces d'une même éprouvette. La photo de droite dans la **Figure 2.24** donne la vue sur l'arête entre les deux surfaces. Ainsi, nous avons pu constater que les fissures restent confinées à la couche de matrice entre les fibres non seulement dans le plan d'observation mais aussi en profondeur du matériau. A condition que la fissure ne coupe pas les fibres, elle est contrainte à se propager parallèlement aux fibres en longeant l'interface entre fibre et matrice.

Ce constat conditionne d'abord l'angle d'orientation θ de la fissure. L'angle θ est donc pris égal à 45° (l'orientation des fibres) pour toutes les fissures observées. Les fissures sont amorcées aux interfaces fibre/matrice. On peut donc supposer que le phénomène affecte l'interface fibre/matrice sur toute la longueur de la fibre. Or, les fibres traversent le volume entier de la zone utile à l'angle de 45° par rapport au plan d'observation. La longueur du troisième axe a donc été choisie égale à la longueur d'une fibre traversant la zone utile : $c = l_0 / \cos \theta = \sqrt{2} l_0$, l_0 étant la largeur de la zone utile (**Figure 2.25**). Par conséquent, le volume de l'ellipsoïde représentant la fissure se calcule par :

$$V_i = \frac{\pi}{3\sqrt{2}} l_i r l_0 \quad (2.8)$$

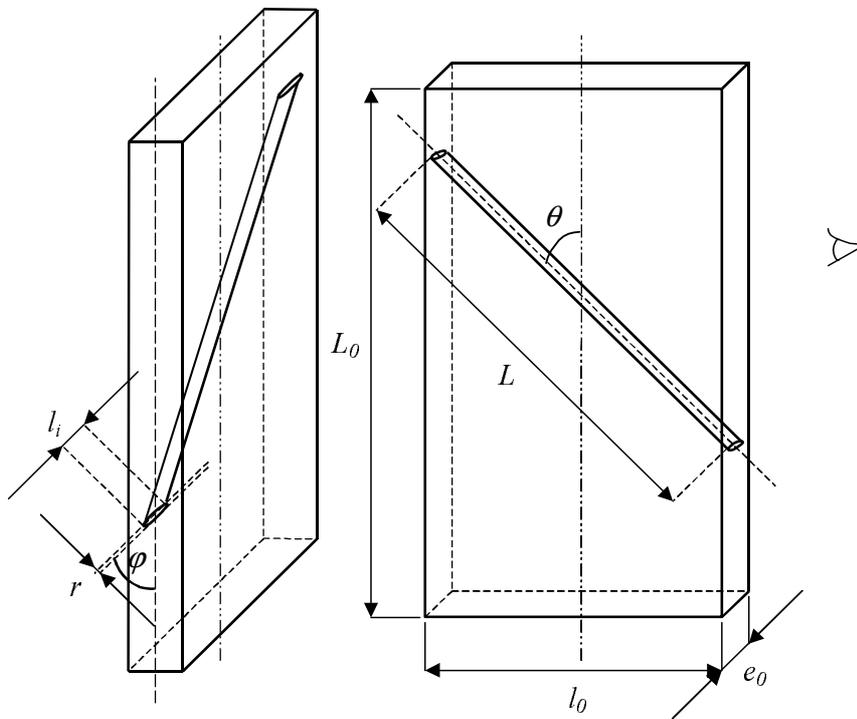


Figure 2.25 : Orientation des fissures. Description géométrique comme des ellipsoïdes plats.

Grâce au volume de fissure estimé, nous pouvons procéder au calcul de la fraction volumique $f_{v,\varphi}$ d'une famille de fissures apparaissant sous l'angle φ dans le plan d'observation. $f_{v,\varphi}$ est défini comme étant le rapport entre la somme des volumes des N_φ fissures de la famille φ et le volume de la zone utile $V_0 = S_0 l_0$:

$$f_{v,\varphi} = \frac{\sum_{i=1}^{N_\varphi} V_i}{V_0} = \frac{\pi}{3\sqrt{2}} \frac{r}{S_0} \sum_{i=1}^{N_\varphi} l_i \quad (2.9)$$

Nous rappelons que r est le rayon d'une fibre ($r=3,5\mu\text{m}$), S_0 la surface d'observation ($S_0 = L_0 e_0$), l_i est la longueur de la fissure i repérée sur le plan d'observation et N_φ le nombre de fissures de la famille φ . Le paramètre $f_{v,\varphi}$ ainsi défini est bien comparable une densité de fissures sur la surface observée. Néanmoins, le facteur $\pi/(3\sqrt{2})$ tient compte à la fois de l'orientation spatiale des fissures dans la zone utile et de leur géométrie (supposée) ellipsoïdale.

Ce paramètre d'endommagement nous a permis de quantifier l'endommagement microscopique observé et de comparer ainsi l'ampleur du phénomène à différents niveaux de chargement. Pour ce faire, les images prises lors des observations sous MEB ont été analysées : pour chaque fissure détectée, nous avons déterminé la longueur l_i et l'angle φ . Puis, les fissures ont été classées en familles selon l'angle φ déterminé afin de calculer pour chaque famille la valeur $f_{v,\varphi}$ correspondante selon l'équation (2.9). De même que le paramètre d'endommagement macroscopique D , $f_{v,\varphi}$ est représentatif d'un état d'endommagement dû à une déformation ε atteinte lors d'un essai de traction effectué à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$. Par la suite, nous comparons les résultats obtenus pour la traction in-situ à ceux des essais de traction à 60s^{-1} .

La **Figure 2.26** montre l'évolution des fractions volumiques des fissures lors d'un essai de traction in-situ. Les observations ont été faites sur la même éprouvette à plusieurs niveaux de déformation. On confirme que, sous chargement quasi-statique, l'endommagement commence par la création d'un grand nombre de microfissures. Celles-ci sont de la taille des fibres et leur orientation (angle φ) n'est pas facile à déterminer. Nous avons donc choisi de les classer à part des 4 familles. Les microfissures marquent clairement le seuil de l'endommagement. Elles représentent la première famille à se développer. Au moment où une microfissure commence à se propager (critère : longueur supérieure au diamètre des fibres) elle est reclassée dans une des 4 familles selon l'orientation prise. C'est pour cela que la fraction volumique des microfissures augmente rapidement au départ, se stabilise par la suite et diminue au fur et à mesure que les fractions volumiques des autres familles augmentent.

La phase de création de microfissures est suivie d'une phase de fissuration intralaminare pendant laquelle les fissures se propagent à l'intérieur de la mèche. Typiquement, ces fissures sont orientées perpendiculairement à la charge (famille 90°) ou bien, pour une certaine partie, à $+45^\circ$ et à -45° . Etant donné que les fissures intralaminaires s'arrêtent aux interfaces entre les mèches, leur longueur est limitée par l'épaisseur de la mèche. Leurs fractions volumiques ont donc tendance à se stabiliser.

Les fissures orientées à 0° (parallèlement à la charge) sont les fissures interlaminaires se propageant le long des interfaces entre mèches et entre plis. Elles arrivent en dernier dans l'histoire de l'endommagement. Elles sont peu nombreuses, mais elles peuvent atteindre des longueurs importantes notamment pour les niveaux de déformation très élevés peu avant la rupture de l'éprouvette. Ceci explique pourquoi leur fraction volumique dépasse finalement celles de toutes les autres familles et ne montre pas la même tendance à se stabiliser.

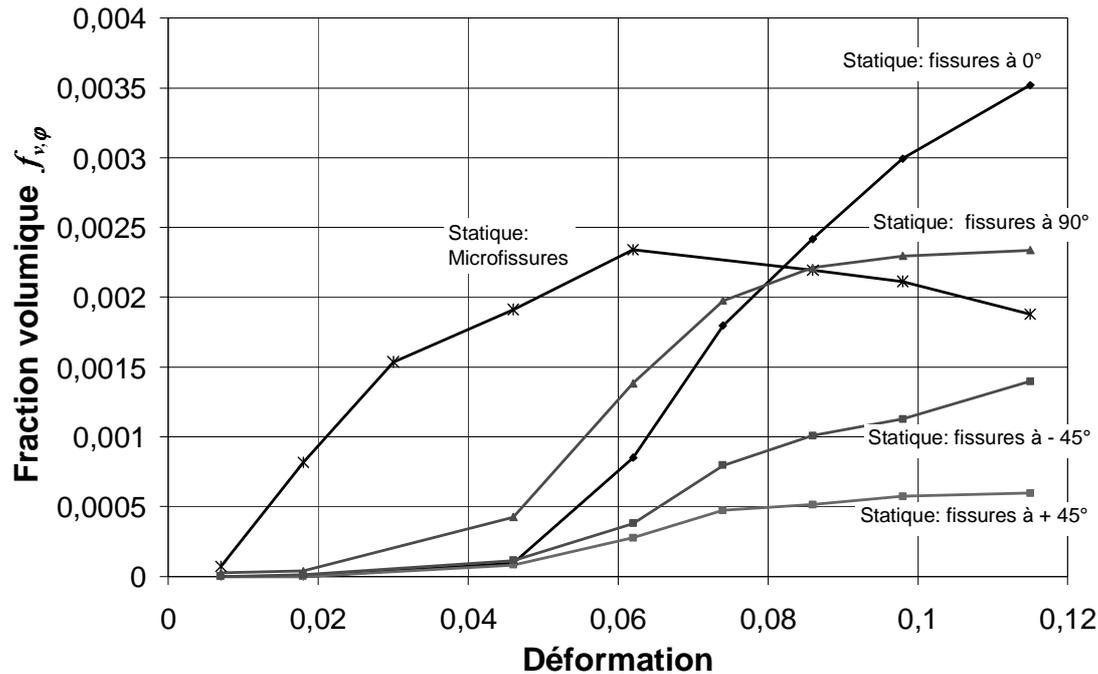


Figure 2.26 : Evolution de l'endommagement microscopique lors d'un essai de traction in-situ – paramètre $f_{v,\varphi}$ en fonction de la déformation totale.

Les images prises sur des éprouvettes chargées à 60 s^{-1} ont été soumises à la même démarche d'analyse. Ici, les données sont pourtant plus difficiles à obtenir. Comme la préparation de la surface analysée (polissage de la tranche) nécessite la découpe de la zone utile, les éprouvettes ne peuvent pas être soumises à un nouveau chargement après l'analyse sous MEB. Ici, les données pour les différents niveaux de chargement proviennent donc de différentes éprouvettes. Cette démarche ne permet pas de suivre le développement de l'endommagement dans une zone précise sur la même éprouvette à des niveaux de chargement de plus en plus élevés. La continuité des valeurs $f_{v,\varphi}$ n'est donc pas automatique, d'autant plus que la fissuration lors d'un chargement à vitesse élevée est très localisée.

La **Figure 2.27** compare les valeurs $f_{v,\varphi}$ obtenues sous chargement rapide (traits continus) à celles du chargement statique in-situ (traits pointillés). On remarque l'absence de la famille des microfissures qui n'ont pas été trouvées sur les éprouvettes chargées à vitesse élevée. Les données disponibles suggèrent que la fissuration commence à une valeur de déformation « seuil » plus élevée que dans le cas du chargement statique. A la vitesse de 60 s^{-1} , ce seuil se situe à une déformation d'environ 3%, tandis qu'en quasi-statique, il est d'environ 1%. Sous cet aspect, les observations macroscopique et microscopique sont en bonne correspondance : une augmentation du seuil comparable a été obtenue pour le paramètre macroscopique D . (cf. **Figure 2.19**)

Suivant ce seuil, le paramètre $f_{v,\varphi}$ subit une élévation rapide pour des déformations entre 3% et 4%. Les valeurs maximales atteintes restent pourtant inférieures à celles du chargement statique. De nouveau, ceci semble confirmer le résultat de l'étude macroscopique : à vitesse de sollicitation élevée, la valeur d'endommagement critique D_c s'est également avérée être inférieure à la valeur en quasi-statique. En plus, nous constatons que les niveaux de déformation élevés de l'essai in-situ n'ont pas pu être atteints à vitesse élevée. La localisation de l'endommagement déjà constatée au début de ce paragraphe (**Figure 2.22** et **Figure 2.23**) pourrait expliquer pourquoi, lors d'un chargement rapide, la rupture intervient à une déformation plus faible et pour des valeurs $f_{v,\varphi}$ globalement inférieures à celles du chargement statique.

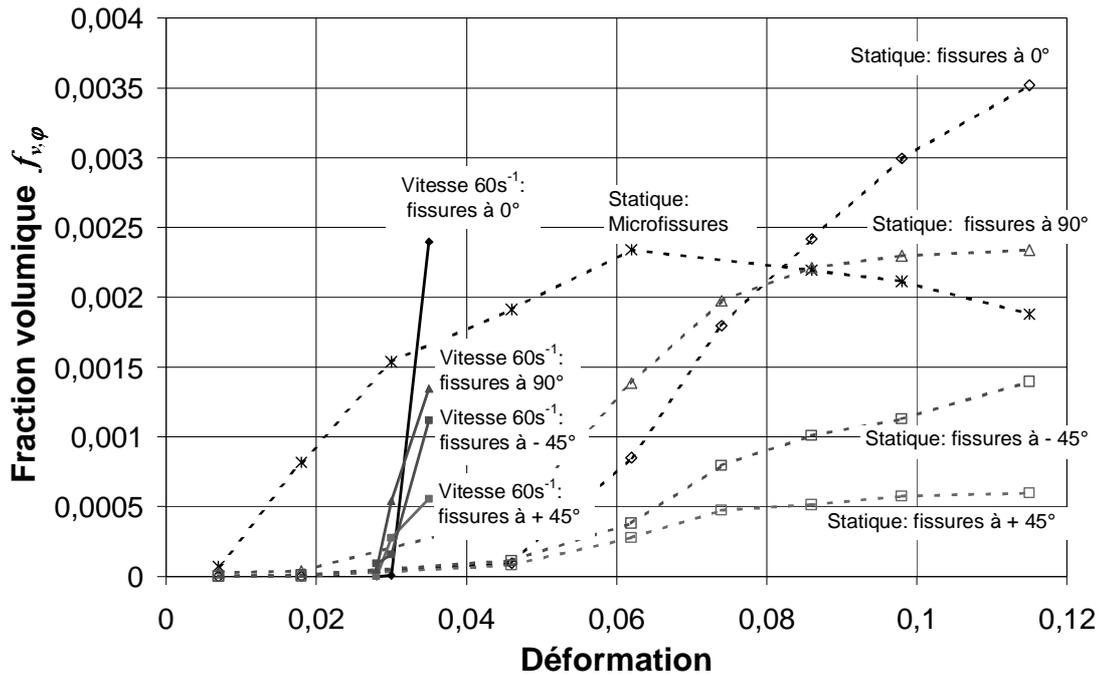


Figure 2.27 : Evolution de l'endommagement microscopique (paramètre $f_{v,\varphi}$) à $\dot{\epsilon} = 60 \text{ s}^{-1}$. Comparaison aux valeurs obtenues précédemment lors de l'essai in-situ (traits pointillés).

Les longueurs moyennes des fissures appartenant aux différentes familles sont comparées **Figure 2.28**. Le graphique confirme que le chargement à vitesse élevée (60 s^{-1}) facilite le développement de fissures de longueur importante à des niveaux de déformation relativement faibles. On constate que l'endommagement diffus observé en quasi-statique cède à un endommagement localisé lorsque la vitesse de déformation augmente. Le chargement à vitesse élevée favorise donc la propagation des fissures existantes par rapport à la création de nouveaux sites de fissuration.

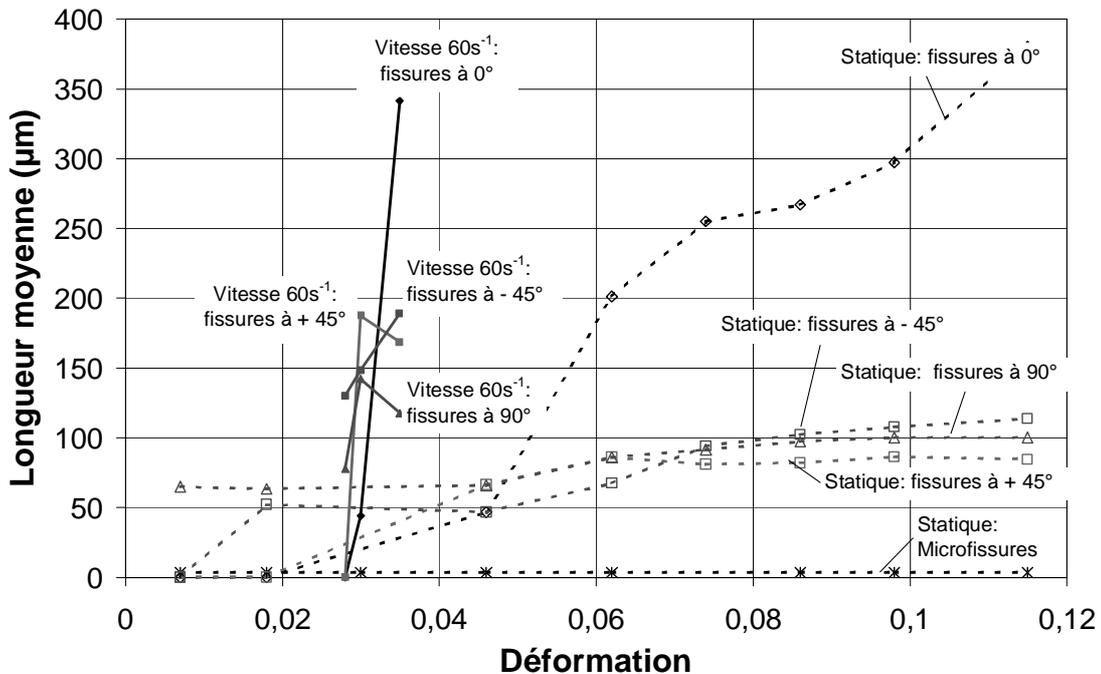


Figure 2.28 : Comparaison des évolutions de l'endommagement en termes de longueur moyenne des fissures (résultats obtenus en quasi-statique et à une vitesse de 60 s^{-1}).

Une possible explication de cette observation est un comportement visqueux de la matrice entourant les fibres. Cette viscosité de la zone interfaciale (la zone de matrice enveloppant la fibre) fait qu'elle dispose d'une résistance plus élevée lorsqu'elle est sollicitée à vitesse élevée par rapport à un chargement statique. Dans ce cas, la matrice en proximité des fibres résiste mieux à l'amorçage de nouvelles fissures ce qui explique la quasi-absence de microfissures, le seuil plus élevé et le développement différent de l'endommagement. L'ensemble peut conduire à une résistance plus élevée du matériau (en termes de σ_{max}), à une localisation anticipée de l'endommagement et donc à une déformation à rupture plus faible.

2.5 Conclusions et perspectives de l'étude de traction à vitesse élevée

En vue de l'application du stratifié carbone/époxy G803/914 dans des structures de sécurité de crash, l'objectif de la présente étude était d'analyser son comportement mécanique à des vitesses de sollicitation élevées. Il s'agissait donc d'identifier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique et sur le développement de l'endommagement du matériau.

L'analyse du matériau suivait une double démarche : l'analyse du comportement mécanique à l'échelle macroscopique et celle de l'endommagement du matériau à l'échelle microscopique. La réponse macroscopique du stratifié étudié à un chargement de traction orienté à 45° par rapport au tissu de renfort a été obtenue par des essais de traction en quasi-statique et à vitesse élevée. La mise en oeuvre de ces essais a nécessité une optimisation de certains paramètres dont le profil du chargement, la géométrie de l'éprouvette et celle des fusibles. A l'échelle macroscopique, le critère d'endommagement suivi était l'évolution de la raideur au cours de plusieurs mises en charge de la même éprouvette. Le paramètre d'endommagement macroscopique D utilisé décrit la diminution du module d'élasticité apparent dans la direction de traction.

L'observation de la microstructure du matériau endommagé nous a permis d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement : l'amorçage de microfissures aux interfaces fibre/matrice et la propagation des fissures au travers de la matrice. La dernière phase d'endommagement fait apparaître des fissures interlaminaires qui représentent le début du délaminage. Les mécanismes d'endommagement sont liés aux mécanismes d'absorption d'énergie, notamment la formation de nouvelles surfaces par microfissuration et le frottement entre les surfaces créées. Pour décrire l'ampleur du phénomène, la fraction volumique des fissures $f_{v,\varphi}$ a été proposée comme paramètre d'endommagement microscopique.

Grâce aux deux paramètres utilisés, nous avons constaté que le seuil d'endommagement s'accroît lorsque la vitesse de sollicitation augmente : sous chargement rapide, les fissures apparaissent à un niveau de déformation plus élevé. Ceci peut expliquer que la contrainte maximale atteinte est plus importante qu'en quasi-statique. Toutefois, à vitesse élevée, les valeurs d'endommagement critiques des deux paramètres ont été trouvées inférieures à celles en statique ce qui entraîne une déformation à rupture plus faible. L'observation microscopique suggère que la localisation anticipée de la fissuration soit à l'origine de cette rupture précoce.

Jusqu'ici, les deux études de l'endommagement à l'échelle macroscopique et microscopique ont été menées en parallèle. A partir des résultats obtenus, on remarque que les valeurs $f_{v,\varphi}$ restent relativement faibles et que la comparaison entre les deux paramètres d'endommagement D et $f_{v,\varphi}$ n'est pas directe. La perspective principale du présent travail serait d'établir une relation entre l'endommagement de la microstructure et le comportement mécanique. Pour ce faire, les données microscopiques obtenues seront introduites dans un modèle micromécanique faisant apparaître les familles de fissures comme hétérogénéités dans un milieu homogénéisé anisotrope représentant le composite non-endommagé. La fraction volumique $f_{v,\varphi}$ des fissures étant relativement faible, un modèle de type Mori et Tanaka paraît adapté [Pen02]. Dans un premier temps, le comportement du matériau à l'état initial peut être obtenu grâce à un calcul suivant la théorie des stratifiés et être confirmé par des essais. A partir des propriétés du matériau vierge ainsi connues, l'homogénéisation effectuée permettra d'estimer le comportement du matériau à l'état endommagé. Le résultat obtenu par calcul d'homogénéisation pourrait ensuite être comparé au comportement mécanique déterminé expérimentalement (notamment à la perte de raideur D). Cette étape permettra de vérifier les résultats issus de la modélisation en les comparant aux

résultats des essais de traction. La démarche complète est illustrée par la **Figure 2.29**. Le lien ainsi établi entre les deux paramètres d'endommagement permettra de répondre à la question posée si la fissuration est à l'origine de l'évolution du comportement mécanique au cours du chargement.

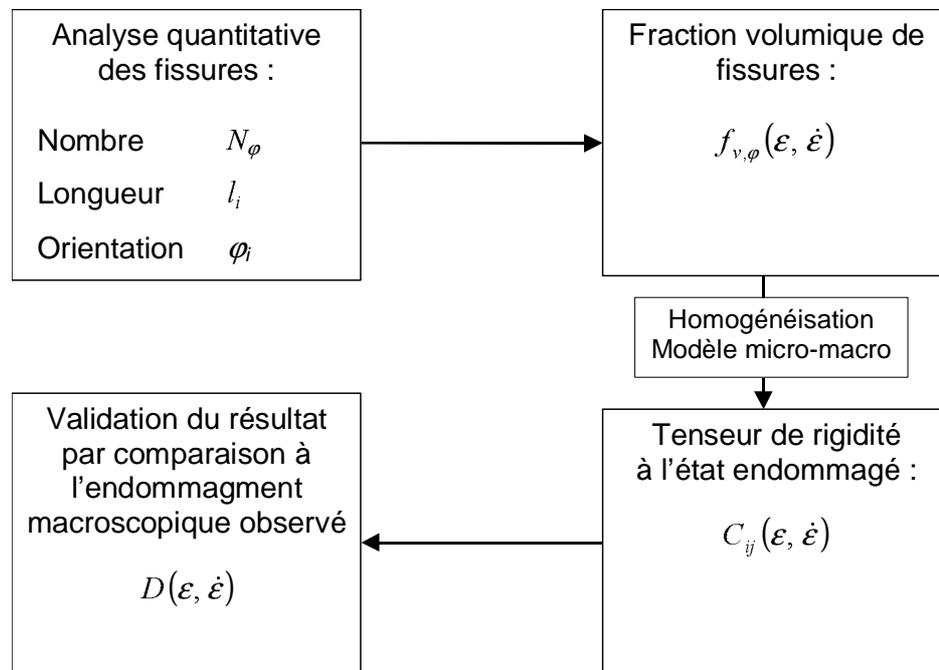


Figure 2.29 : Perspective : modélisation du comportement mécanique du stratifié à l'état endommagé.

Si l'évolution du comportement macroscopique s'avère être effectivement due à l'endommagement de la microstructure, la même approche pourra mener à la définition d'une loi de comportement pour le stratifié étudié. L'évolution de la fraction volumique de fissures en fonction de la déformation donnera accès à une loi prédictive de l'endommagement microscopique : une telle loi sera à déterminer pour chaque famille de fissures et chaque vitesse de sollicitation étudiée. Intégrée dans le modèle micromécanique utilisé, la prévision d'endommagement fournira une prévision du comportement mécanique en fonction du chargement appliqué. Ceci aboutira à une loi de comportement décrivant l'évolution du comportement mécanique du composite au cours de l'endommagement. Comme l'approche utilisée sera fondée sur une description tridimensionnelle des fissures, cette loi de comportement décrira les propriétés selon toutes les directions du matériau.

La loi de comportement ainsi déterminée permettra de mieux appréhender la contribution du stratifié carbone/époxy au comportement du stratifié multicouche décrit dans l'introduction de ce rapport. Capable de prédire le comportement mécanique au cours du chargement, une telle loi permettra de modéliser ce matériau dans un calcul de simulation et répondra donc à une condition essentielle à l'optimisation systématique des structures de sécurité de crash.

3 Conception d'une technique expérimentale pour la caractérisation de composites stratifiés en délaminage selon le mode I à vitesse de sollicitation élevée

3.1 Introduction

Au chapitre précédent, une analyse de l'endommagement du stratifié tissé carbone/époxy soumis à un chargement de traction hors axe a permis d'identifier les différents mécanismes d'endommagement. A travers cette étude, il a été constaté qu'après une phase de fissuration intralaminare en début de chargement, la dernière phase avant rupture est dominée par la propagation des fissures le long des interfaces entre plis. Ce phénomène d'endommagement conduisant à terme à la rupture de l'interface est appelé délaminage. Il est un mécanisme d'endommagement caractéristique des composites stratifiés. Dans le cas du stratifié étudié, le délaminage est responsable du caractère très différencié (aspect de zigzag) de la rupture finale. Il est donc à l'origine de la création d'une multitude de surfaces libres au cours de l'histoire de l'endommagement (**Figure 3.1**). Comme il s'agit d'un matériau de comportement généralement fragile, la création de surfaces à l'intérieur du matériau joue un rôle important en termes d'absorption d'énergie. Le phénomène de délaminage doit donc être pris en compte lorsqu'il s'agit d'augmenter la capacité du stratifié à absorber l'énergie d'un crash.

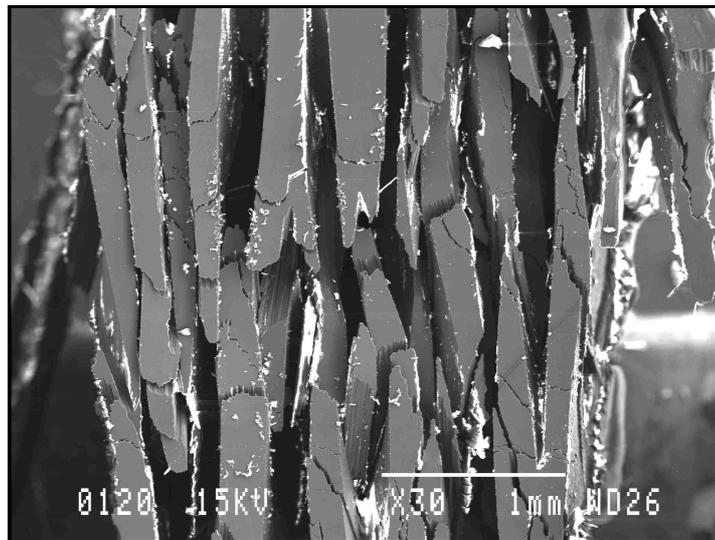


Figure 3.1 : Rupture du stratifié tissé carbone/époxy lors d'un essai de traction sous MEB.

Le stratifié multicouche carbone/kevlar qui représente le contexte de cette étude comprend un grand nombre d'interfaces, dont des interfaces hybrides entre deux plis à renfort différent ou à orientation différente. Les interfaces hybrides sont considérées comme particulièrement sensibles au délaminage [ISO02]. Afin de trouver l'empilement optimal de couches et de plis, il est indispensable de connaître la capacité des différentes interfaces à absorber de l'énergie. La propriété de l'interface décrivant cette capacité est le taux de restitution d'énergie critique G_c . Selon l'approche énergétique en mécanique de la rupture, G_c est défini comme étant l'énergie spécifique consommée par la propagation d'une fissure entre deux plis. Sous forme d'un critère énergétique, G_c est une caractéristique de l'interface décrivant sa résistance au délaminage. Par conséquent, l'optimisation du stratifié multicouche nécessite une caractérisation de toutes les interfaces

impliquées. Comme le stratifié hybride est destiné à des structures de sécurité de crash, on s'intéresse plus particulièrement à l'influence de la vitesse de sollicitation sur le taux de restitution d'énergie critique de ses interfaces. Comme les lois de comportement des sous-stratifiés, la résistance des interfaces entre plis en fonction de la vitesse de chargement est une donnée indispensable pour la modélisation de l'endommagement par calcul en éléments finis. Dans ce contexte, une étude de délaminage de plis a été engagée ayant pour but de déterminer le taux de restitution d'énergie des stratifiés carbone/époxy chargés à vitesse élevée. Dans un premier temps, cette étude s'est concentrée sur un chargement en mode I consistant en l'ouverture d'une éprouvette préfissurée. Dans ce cas, la propriété correspondant à la résistance interlaminaire est le taux de restitution d'énergie critique en mode I, G_{Ic} .

Depuis le développement du concept du taux de restitution d'énergie dans les années 1950 par Irwin, la détermination de G_{Ic} a fait l'objet de nombreuses études. Ces travaux ont mené à plusieurs approches expérimentales dont une des plus répandues est l'essai Double Cantilever Beam (DCB). Cet essai a été standardisé pour des stratifiés unidirectionnels par les normes ASTM D-5528 et ISO 15024. Grâce à ces travaux de référence, la démarche expérimentale est bien établie pour les conditions d'un chargement statique.

Pourtant, à ce jour, peu de choses sont connues sur la variation de G_{Ic} en fonction de la vitesse de sollicitation. Les premiers travaux destinés à ce sujet ont été effectués pendant les années 1980. Les résultats obtenus par les différentes équipes sont encore peu cohérents. Avant tout, ils suggèrent une influence non-négligeable de la technique expérimentale utilisée pour obtenir le résultat [Cho00, Kus98, Smi87, Soh95]. Une difficulté supplémentaire provient du fait que la plupart des approches expérimentales ne sont adaptées qu'à une gamme de vitesses assez restreinte. Afin de couvrir une gamme de vitesses plus large, certains auteurs ont exploité plusieurs approches expérimentales en parallèle, ce qui rend la comparaison des résultats plus difficile. L'objectif principal de notre étude était donc de mettre en place une méthode expérimentale permettant d'analyser l'influence de la vitesse de sollicitation sur G_{Ic} .

Le passage des conditions statiques aux vitesses élevées n'est pourtant pas immédiat. Il relève de trois défis majeurs. D'abord, afin d'être valable, la méthode utilisée doit permettre de maintenir les conditions d'un chargement en mode I à tout moment de l'essai. Pour ce faire, un montage expérimental était à concevoir respectant ce cahier des charges et permettant de couvrir une large gamme de vitesses d'ouverture. Cette partie du travail sera décrite au paragraphe 3.5. Ensuite, comme le concept du taux de restitution d'énergie est basé sur une approche énergétique, un chargement à vitesse élevée change le bilan d'énergie établi en faisant intervenir l'énergie cinétique des masses en mouvement. Négligée lors d'un chargement en statique, cette contribution est à prendre en compte lors du traitement des données d'un essai dynamique. Aux paragraphes 3.3 et 3.4, nous réétudions donc la définition de G_I afin d'estimer la contribution de l'énergie cinétique pour les conditions de chargement de l'approche utilisée. Enfin, la sollicitation lors de la propagation d'une fissure est fortement localisée sur le matériau en voisinage immédiat du fond de fissure. Afin d'analyser la dépendance de G_{Ic} de la vitesse, un paramètre représentatif de la vitesse de sollicitation locale doit être choisi. Dans le cadre de cette étude, nous avons suivi une approche fondée par Kusaka [Kus98] consistant à utiliser la vitesse de chargement \dot{G}_I . Elle sera introduite au paragraphe 3.4.4 et expliquée plus en détail au paragraphe 3.6.2.

Dans l'objectif de valider la méthode expérimentale développée, un stratifié unidirectionnel carbone/époxy T300/914 nous a servi de matériau d'étude. Les résultats obtenus lors d'une première série d'essais seront présentés au paragraphe 3.6. Pour conclure, ils seront comparés aux résultats de travaux antérieurs.

3.2 Le matériau de l'étude

Dans l'objectif de valider le dispositif expérimental et de montrer la pertinence de la méthode, un stratifié relativement bien connu grâce à des travaux antérieurs a été choisi comme matériau de cette étude : le stratifié unidirectionnel (UD) T300/914 consiste en une résine époxy renforcée par des nappes de fibres de carbone à haute résistance (HR). La matrice (HEXCEL Vicotex 914) est une résine de polymère thermodurcissable avec une température de réticulation de 175°C. Sa haute température de transition vitreuse (T_g) de 190°C indique un comportement principalement élastique-fragile du polymère réticulé à température ambiante. Elle est fréquemment utilisée dans le domaine aéronautique pour des structures ayant à résister aux hautes températures. Ses propriétés à l'état réticulé données par le fournisseur HEXCEL sont précisées par le **Tableau 3.1**.

E (GPa)	ν	G (GPa)	σ_{\max}^T (MPa)	σ_{\max}^C (MPa)	ε_{\max}^T (%)	K_{Ic} ($MPa\sqrt{m}$)	G_{Ic} (J/m^2)	ρ (kg/m^3)	T_g (°C)
3,9	0,41	1,40	47,7	180	1,5	0,7	103	1300	190

Tableau 3.1 : Propriétés de la matrice époxy Vicotex 914 à l'état réticulé. [Hex97]

Le renfort est une nappe unidirectionnelle constituée de fibres de carbone à haute résistance (HR). Les fibres de carbone HR sont issues d'un procédé de graphitisation, un traitement thermique à 1400°C. Les propriétés de la fibre T300 sont données par le **Tableau 3.2**. Les données sont issues des fiches techniques publiées par les fournisseurs HEXCEL et TORAYCA et se trouvent confirmées par des ouvrages standards [Luy94].

E_L (GPa)	σ_{\max}^T (MPa)	ε_{\max}^T (%)	d_{fibre} (μm)	Nb. de filaments	m_s (g/m^2)	ρ (kg/m^3)
230	3500	1,5	7	6000	158	1760

Tableau 3.2 : Propriétés de la fibre de carbone T300. [Sof03, Hex99]

Le composite étudié est fabriqué à partir de plis préimprégnés fournis par HEXCEL Composites sous la référence 914 CTS-5T(6K)-34%. Selon HEXCEL, le préimprégné dispose d'une fraction volumique de fibres de 58% et d'une masse nominale de 240 g/m^2 .

Comme le stratifié tissé étudié en traction à vitesse élevée (chapitre 2), le matériau de cette étude a été élaboré par un procédé classique en autoclave. Le stratifié est élaboré par moulage au sac à vide en appliquant un cycle de chauffage composé de 60 minutes à 120°C suivies par 2 heures à 180°C. Tout le procédé est effectué sous atmosphère d'azote à une pression de 7 bars. Le **Tableau 3.3** donne les propriétés mécaniques du stratifié à l'état réticulé. Il s'agit des valeurs indiquées par le fournisseur HEXCEL.

Le matériau de cette étude a été fabriqué dans les ateliers du CCR d'EADS par le procédé décrit ci-dessus. La configuration réalisée est un empilement de 32 plis d'orientation identique (empilement $[0]_{32}$) restituant une épaisseur de 4,16mm de la plaque mise en oeuvre. Afin d'obtenir une préfissure interlaminaires, un film antiadhésif est inséré partiellement entre les deux plis centraux (entre le 16^{ième} et le 17^{ième} pli). Grâce à la présence du film, l'adhésion est empêchée sur une profondeur d'environ 40mm à partir du bord de la plaque.

Traction - sens de fibres		Compression	Flexion		Cisaillement interlaminaire	Autres propriétés		
E_{0° (GPa)	$\sigma_{\max,0^\circ}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	E^{flexion} (GPa)	$\sigma_{\max}^{\text{flexion}}$ (MPa)	Résistance (MPa)	f_v (%)	ϵ_{pli} (μM)	ρ (kg/m^3)
135	1750	1400	120	1800	95	58	130	1570

Tableau 3.3 : Propriétés du stratifié UD carbone/époxy T300/914. [Hex99]

Les éprouvettes DCB ont été prélevées dans la plaque élaborée par découpe à la meule diamantée de manière à obtenir des barreaux pré-fissurés d'une longueur totale de 190mm. La **Figure 3.2** montre la disposition des éprouvettes sur la plaque de composite fabriquée.

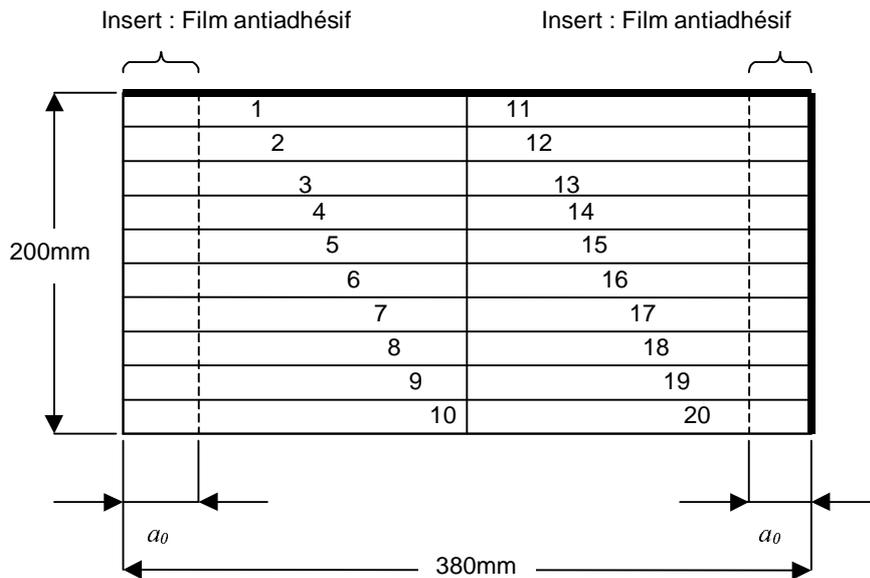


Figure 3.2 : Prélèvement des éprouvettes DCB sur la plaque - stratifié carbone/époxy T300/914.

La géométrie des éprouvettes a été choisie conformément à la norme NF ISO 15024 [ISO02]. La **Figure 3.3** montre les dimensions des éprouvettes DCB utilisées ainsi que les cotes essentielles pour le traitement des données selon le calibrage de complaisance modifié. Comme il s'agit d'un empilement de plis unidirectionnels dans la même orientation, les fibres sont toutes orientées parallèlement au plan de la fissure dans le sens de la longueur de l'éprouvette.

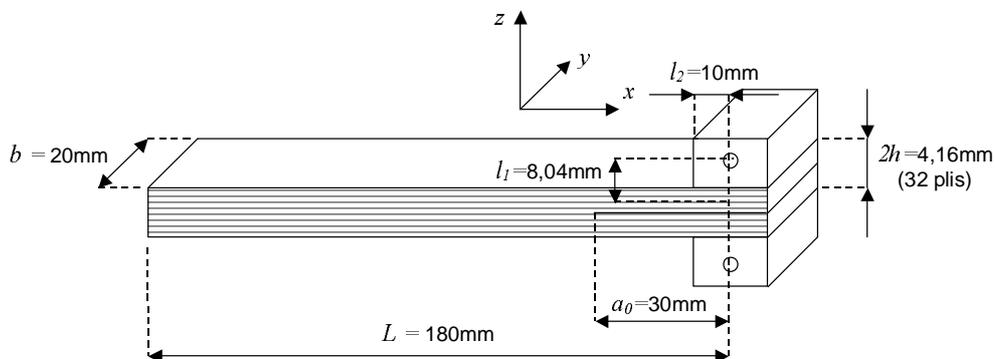


Figure 3.3 : Eprouvette DCB en composite stratifié UD carbone/époxy T300/914.

3.3 Approche énergétique en mécanique de la rupture

La propagation d'une fissure au sein d'un matériau fragile est décrite par la mécanique linéaire-élastique de la rupture (MLER). La capacité du matériau à résister à cette propagation est caractérisée par le taux de restitution d'énergie critique G_c . Avant de procéder, dans les paragraphes suivants, à la détermination expérimentale de la résistance interlaminaire de composites stratifiés, nous rappelons ici la définition du taux de restitution d'énergie G , sous l'aspect d'un chargement en mode I à vitesse élevée.

La MLER s'applique essentiellement à des matériaux ayant un comportement élastique linéaire jusqu'à rupture. Eu égard à la faible capacité de déformation plastique des composites à matrice époxyde, l'utilisation de cette approche paraît justifiée. Le point de départ de la théorie est un matériau disposant d'une fissure à son sein. Il s'agit de trouver un critère permettant de prédire la propagation de la fissure, lorsque le matériau subit un chargement. Trois modes de sollicitation sont à distinguer : le mode d'ouverture (mode I), le mode de cisaillement plan (mode II) et le mode de cisaillement antiplan (mode III). (Figure 3.4)

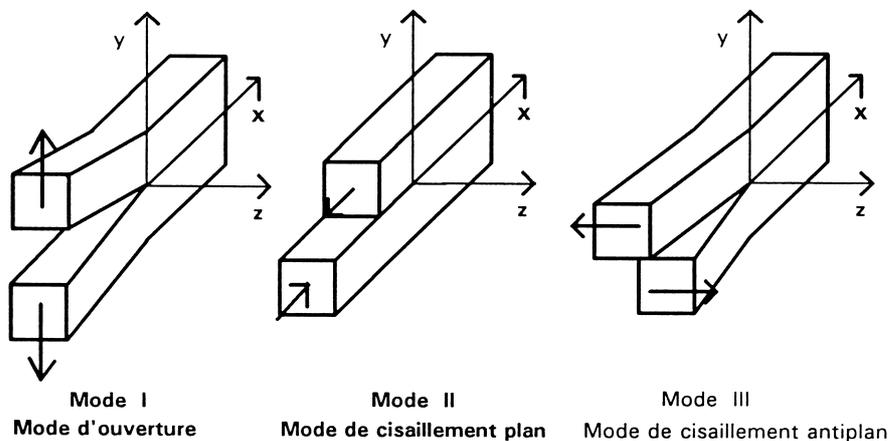


Figure 3.4: Les trois modes de chargement en mécanique linéaire de la rupture. [Mia95]

En MLER, deux approches coexistent : une première est basée sur un critère de propagation en contrainte et l'autre sur un critère énergétique. La première suppose que la fissure se propage, lorsque la sollicitation locale du matériau en fond de fissure dépasse une contrainte critique. Le concept d'intensité de contraintes (le concept K) permet d'estimer la sollicitation du matériau localement en fond de fissure. K est une fonction de la contrainte à l'infini et des paramètres géométriques comme la longueur et la forme de la fissure. Quand la valeur de K dépasse la ténacité à rupture K_c , la fissure se propage.

La deuxième approche tient compte du fait que la propagation d'une fissure est liée à la création d'une surface libre. Or, la création de surfaces nécessite de l'énergie qui doit être apportée par le chargement extérieur à l'origine de la fissuration. La force motrice de la propagation est l'énergie de Griffith G . Sa valeur critique G_c est conditionnée par l'énergie spécifique de création de surfaces du matériau γ_s . Comme la propagation de la fissure demande la création de deux surfaces, le critère de propagation correspondant s'écrit :

$$G_c = 2\gamma_s. \quad (3.1)$$

G est appelé taux de restitution d'énergie. Selon la MLER, le taux de restitution d'énergie G est défini comme étant l'énergie dW_p nécessaire pour propager la fissure rapportée à l'unité de surface dA : [Zeg03]

$$G = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta W_p}{\Delta A} = \frac{dW_p}{dA} \quad (3.2)$$

b étant la largeur et a la longueur de la fissure, $dA = bda$ est la surface créée par la propagation de la fissure. La théorie de Griffith prévoit une propagation de la fissure quand le taux de restitution d'énergie G atteint sa valeur critique G_c .

Dans le cas le plus général, les 3 modes de chargement sont en coexistence et K_I , K_{II} , et K_{III} adoptent des valeurs non nulles. Contrairement au concept K , l'approche énergétique permet de décrire un chargement complexe où plusieurs modes coexistent par simple addition des G_i . Le taux de restitution d'énergie global se compose alors des trois composants correspondant aux trois modes et trois énergies de Griffith:

$$G = G_I + G_{II} + G_{III} \quad (3.3)$$

Comme l'énergie de Griffith G et le facteur d'intensité de contrainte K sont issus de la même théorie, il convient de mentionner la relation entre les deux concepts. On considère une structure fissurée soumise à un chargement en mode mixte (modes I, II et III) (**Figure 3.5**).

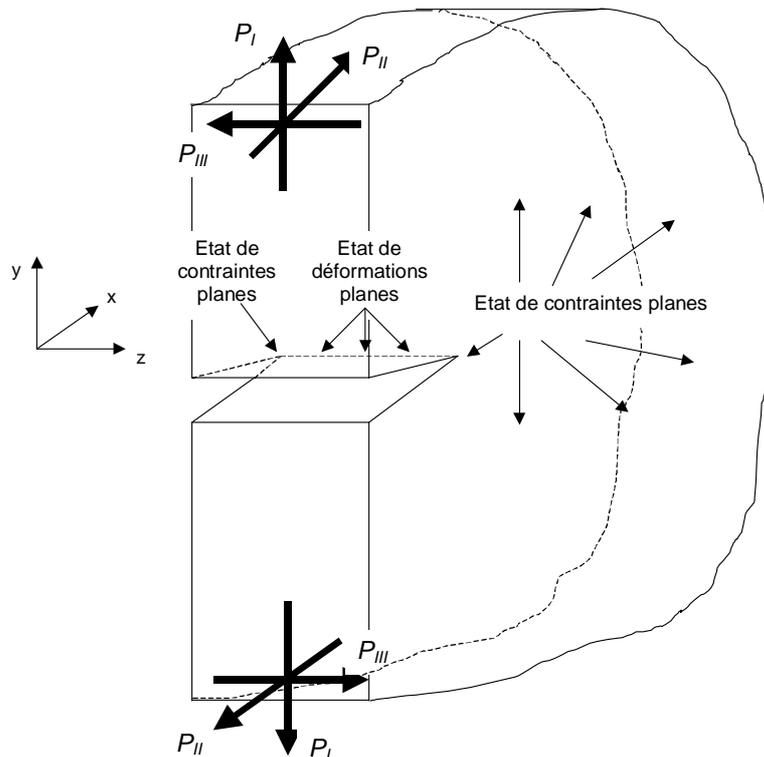


Figure 3.5 : Etat de sollicitation du matériau fissuré sous chargement.

L'état de contraintes planes (ECP) peut être considéré comme prédominant partout en surface libre (surface extérieure de la structure) ainsi qu'à cœur du matériau à une distance suffisamment grande de la pointe de la fissure. Par contre, si l'épaisseur est suffisamment importante, la déformation en direction z (sens de l'épaisseur) est empêchée à cœur du matériau juste devant la pointe de la fissure par les couches adjacentes de la matière même. C'est à dire que l'état de déformations planes (EDP) devient prédominant précisément à l'endroit où la propagation de fissure a lieu. L'état de sollicitation nous intéressant dans le cadre de cette étude se rapproche donc le plus à l'EDP. [Zeg03]

Comme G_{Ic} et K_{Ic} sont des caractéristiques du matériau, ils sont liés entre eux par une relation simple faisant intervenir d'autres caractéristiques de matériau. Pour un matériau isotrope, il est possible d'établir cette relation par l'intermédiaire du module d'élasticité E et du coefficient de Poisson ν . On obtient notamment les relations suivantes pour un matériau isotrope [Zeg03] :

	Etat de contraintes planes (ECP)	Etat de déformations planes (EDP)
Mode mixte I, II et III :	$G = \frac{K_I^2 + K_{II}^2}{E} + \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2$	$G = \frac{1-\nu^2}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2$

(3.4)

A partir de ces expressions, on retrouve par comparaison des coefficients les expressions respectives pour les cas où il n'y aurait qu'un seul des trois modes de chargement :

	ECP	EDP
Mode I :	$G_I = \frac{K_I^2}{E}$	$G_I = \frac{1-\nu^2}{E} K_I^2$

(3.5)

Mode II :	$G_{II} = \frac{K_{II}^2}{E}$	$G_{II} = \frac{1-\nu^2}{E} K_{II}^2$
-----------	-------------------------------	---------------------------------------

(3.6)

Mode III :	$G_{III} = \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2$	$G_{III} = \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2$
------------	---------------------------------------	---------------------------------------

(3.7)

Pour un chargement en mode I, on fait intervenir la définition de K_I

$$K_I = \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \tag{3.8}$$

afin d'exprimer G_I en fonction de la contrainte σ_∞ appliquée aux extrémités de la structure fissurée :

	ECP	EDP
Mode I :	$G_I = \frac{\pi \sigma_\infty^2 a}{E}$	$G_I = (1-\nu^2) \frac{\pi \sigma_\infty^2 a}{E}$

(3.9)

La différence principale entre les deux approches est que le concept de G relève d'un critère énergétique de rupture par rapport à un critère en contrainte maximale pour le concept de K . De ce fait, il s'agit pour G d'une approche plus globale intégrant les trois modes de chargement. A cet égard, l'approche de G est comparable au critère de Von Misès dans la mécanique des milieux continus : une approche capable d'intégrer plusieurs modes de chargement (traction/compression et cisaillement dans le cas de Von Misès ; modes I, II et III dans le cas du taux de restitution d'énergie G) afin d'aboutir à un seul critère de rupture. La présente étude sera confinée au seul mode I. Dans l'équation 3.3, G_{II} et G_{III} sont donc nuls : G et sa valeur critique G_c sont équivalents à G_I et G_{Ic} respectivement.

Le taux de restitution d'énergie G est déterminé grâce à un bilan d'énergie établi sur la phase de propagation de fissure : la déformation plastique du matériau étant négligeable, l'énergie apportée par les forces extérieures (dW) est en partie emmagasinée en déformation élastique (dU), pour une autre partie consommée par la propagation de la fissure (dW_p) et, si le chargement est fait à vitesse élevée, transformée pour une troisième partie en énergie cinétique des masses en mouvement (dE_c). Le bilan d'énergie lors de la propagation de la fissure s'écrit alors : [Smi87]

$$dW - dU - dW_p - dE_c = 0 \tag{3.10}$$

La représentation graphique se prête bien à l'appréhension des différentes énergies impliquées dans le bilan. A ce propos, nous considérons le tracé schématique de l'effort P sur l'ouverture de fissure δ montré par la **Figure 3.6**. Ici, nous adoptons l'hypothèse que l'ouverture soit effectuée dès le départ à une vitesse constante. Le chargement conduisant à la propagation de la fissure est composé de trois phases : une phase d'ouverture élastique précédant la propagation (points 0 à 1),

une phase de propagation de la fissure (points 1 à 2) et éventuellement une phase de décharge élastique (points 2 à 3).

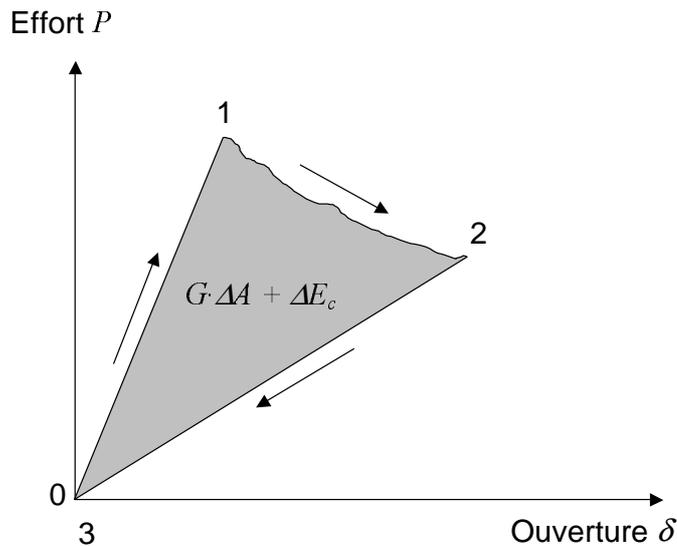


Figure 3.6 : Cycle de chargement appliqué pour effectuer la propagation d'une fissure en mode I.

$\Delta W_p = G \cdot \Delta A$ est l'énergie disponible pour propager la fissure sur la longueur Δa . Les énergies ΔW_p et ΔE_c sont cumulées dans la surface entourée par la courbe charge – propagation – décharge. L'équation (3.10) devient alors :

$$\Delta W_p + \Delta E_{c12} = \Delta W_{12} - \Delta U_{12} \tag{3.11}$$

Pendant la première phase (points 0 à 1), le matériau sollicité se déforme de manière élastique sans que la fissure se propage ($\Delta W_p = 0$). L'énergie apportée par les forces extérieures est emmagasinée sous forme d'énergie élastique U_1 et, comme le chargement intervient à vitesse élevée, d'énergie cinétique E_{c1} . Au point 1, l'énergie apportée dépasse un seuil critique et la fissure commence à se propager. Pendant la phase de propagation (points 1 à 2), une partie de l'énergie apportée par le système de forces extérieures ΔW_{12} est consommée par la propagation de fissure.

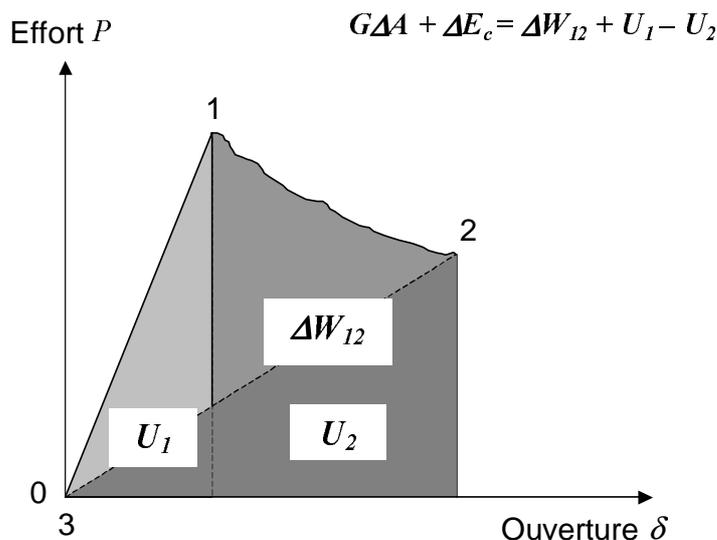


Figure 3.7 : Représentation graphique du bilan d'énergie lors de la propagation de fissure.

Une autre partie de ΔW_{12} est transformée en énergie élastique ΔU_{12} . En général, selon la nature de la propagation, l'énergie élastique emmagasinée peut augmenter ou diminuer pendant la propagation de la fissure. On obtient la variation de l'énergie élastique ΔU_{12} pendant la phase de propagation en prenant la différence entre les états « juste avant » (1) et « juste après » (2) la propagation : $\Delta U_{12} = U_2 - U_1$. Dans la représentation graphique, ΔU_{12} correspond à la différence des deux surfaces triangulaires en dessous des droites $\overline{01}$ et $\overline{23}$. En même temps, l'énergie cinétique s'accroît de ΔE_{c12} , puisque la propagation de la fissure fait augmenter les masses en mouvement. Quand le chargement s'arrête (point 2), l'énergie cinétique est dissipée et seule l'énergie élastique U_2 reste emmagasinée. Cette dernière est restituée lors de la décharge élastique (points 2 à 3). **(Figure 3.7)** Comme la mécanique de la rupture est basée sur un comportement purement élastique du matériau, la théorie ne prévoit pas de déformation résiduelle à la fin du chargement : points 3 et 0 sont donc identiques.

En considérant les différentes surfaces sous la courbe dans la **Figure 3.7**, on confirme que la surface entourée par la courbe $P(\delta)$ se traduit en équation conformément au bilan suivant :

$$G\Delta A_{12} + \Delta E_{c12} = \Delta W_{12} + U_1 - U_2 \quad (3.12)$$

On distingue deux cas particuliers : la propagation à ouverture constante et la propagation à effort constant. Dans le premier cas, il n'y a pas d'apport d'énergie en phase de propagation : l'énergie ΔW_p provient donc entièrement d'une transformation des énergies élastique et cinétique emmagasinées au cours de la phase précédente (points 0 à 1 dans schéma gauche de la **Figure 3.8**). Dans le cas d'une propagation à effort constant, toute l'énergie consommée par la propagation de la fissure est apportée en même temps par le système des forces extérieures. En sus, l'énergie élastique stockée s'accroît au cours de la propagation dans la mesure que l'ouverture δ augmente. La quantité d'énergie restituée à la décharge élastique est donc plus grande que celle emmagasinée avant la propagation (schéma droit de la **Figure 3.8**).

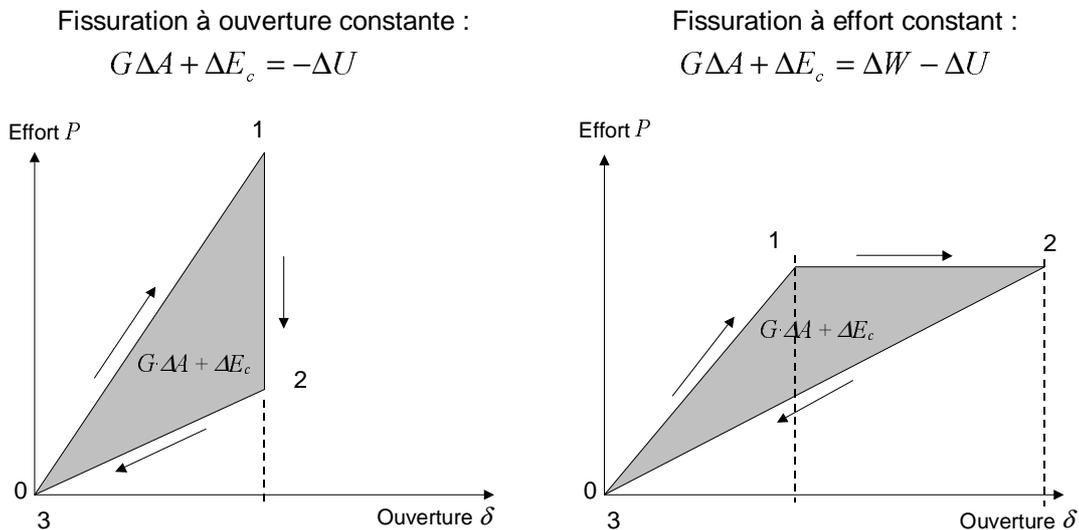


Figure 3.8 : Deux cas particuliers de la propagation de fissure.

La plupart des cas réels se situent entre ces deux cas particuliers. Généralement, P et δ varient indépendamment en phase de propagation de fissure, comme c'est montré sur la **Figure 3.9**. Nous trouvons la représentation mathématique de la définition de G en passant à un allongement de fissure infiniment petit. Quand la fissure se propage de l'incrément da , l'équation (3.12) devient

$$Gda + dE_c = dW - dU \quad (3.13)$$

Lorsque la structure se déforme élastiquement sans que la fissure se propage, l'ouverture de fissure δ est proportionnelle à l'effort P appliqué (intervalles $\overline{01}$ et $\overline{23}$) :

$$\delta \propto P \quad \Rightarrow \quad \frac{\delta}{P} = C \quad (3.14)$$

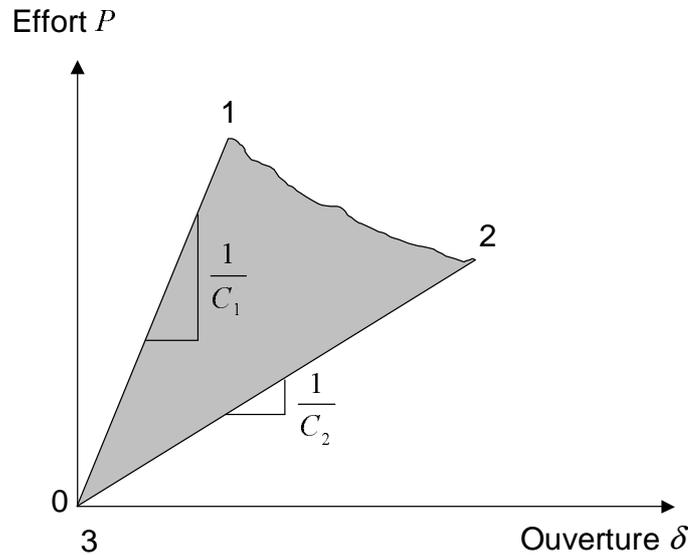


Figure 3.9 : Définition de la complaisance C .

On appelle C la complaisance de la structure déformée. Elle est une mesure de la souplesse de la structure chargée et dépend donc de l'élasticité du matériau ainsi que de certains paramètres géométriques de la structure, notamment de la longueur de fissure a . L'énergie élastique U emmagasinée aux états 1 et 2 (juste avant et juste après la propagation) est exprimée grâce à la complaisance C . Sur les intervalles $\overline{01}$ et $\overline{23}$, la complaisance reste constante.

$$U = \int \frac{\delta}{C} d\delta = \frac{CP^2}{2} \quad C = const. \quad (\text{points } 0 \rightarrow 1 \text{ et } 2 \rightarrow 3) \quad (3.15)$$

Après que P a dépassé sa valeur critique P_c , la fissure se propage et la valeur de C diminue au fur et à mesure que a augmente. Nous exprimons la variation de U pendant l'allongement de la fissure de da par

$$dU = \frac{P^2}{2} dC + CPdP. \quad C \neq const. \quad (\text{points } 1 \rightarrow 2) \quad (3.16)$$

En phase de propagation de fissure, δ et P varient indépendamment et la complaisance C n'est plus constante. La relation $C(a) = \delta/P$ reste cependant valable à tout moment et l'énergie apportée par les forces extérieures dW peut être calculée par

$$dW = Pd\delta = P^2 dC + CPdP \quad C \neq const \quad (\text{points } 1 \rightarrow 2) \quad (3.17)$$

Dans le graphique de la **Figure 3.7**, dW correspond à la surface sous la courbe $P(\delta)$ entre les points 1 et 2. Le terme $(GdA + dE_c)$ est calculé en prenant la différence entre l'énergie apportée par les forces extérieures dW et la variation de l'énergie élastique emmagasinée dans la structure déformée dU (cf. équation (3.13)). En termes d'équations, cela revient à écrire :

$$GdA + dE_c = \frac{P^2}{2} dC \quad dA = bda \quad (3.18)$$

Pour une structure de largeur b fissurée sous un chargement d'ouverture (mode I), on trouve donc la définition du taux de restitution d'énergie G_I pour un chargement en mode I à vitesse élevée.

$$G_I = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} - \frac{1}{b} \frac{dE_c}{da} \quad (3.19)$$

Lorsque l'effort P atteint sa valeur critique P_c (et l'ouverture δ sa valeur critique δ_c), la fissure commence à se propager. La valeur de G_I correspondant est G_{Ic} , le taux de restitution d'énergie critique en mode I.

$$G_{Ic} = \frac{P_c^2}{2b} \frac{dC}{da} - \frac{1}{b} \frac{dE_c}{da} \quad (3.20)$$

G_{Ic} est une propriété du matériau représentative de la ténacité à rupture. Néanmoins, comme d'autres propriétés, G_{Ic} peut varier en fonction des conditions ambiantes (pression, température, humidité) et de la vitesse de sollicitation appliquée [Smi87]. Etant défini comme l'énergie consommée rapportée à la surface créée, G_{Ic} permet d'estimer l'énergie absorbée lors de la propagation d'une fissure. Habituellement, sa valeur est donnée en J/m^2 .

Nous rappelons que, dans le cas d'un chargement à vitesse très faible ($\dot{\delta} \approx 0$, chargement quasi-statique), l'énergie cinétique E_c est considérée comme négligeable à tout moment. En annulant le terme décrivant la variation de l'énergie cinétique dans l'équation (3.20), on retrouve la définition du taux de restitution d'énergie G_I habituellement donnée dans la littérature pour un chargement quasi-statique en mode I. [Mia95]

$$G_I = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} \quad (\text{pour un chargement quasi-statique}) \quad (3.21)$$

Nous pouvons donc mettre en relation les équations (3.5) et (3.21) pour le cas d'une fissure se propageant dans un milieu isotrope sous l'influence d'un chargement quasi-statique en mode I :

$$G_I = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} = \frac{1-\nu^2}{E} K_I^2. \quad (\text{matériau isotrope, chargement quasi-statique}) \quad (3.22)$$

3.4 Méthodologie expérimentale des essais de délaminage en mode I sur des composites stratifiés

Dans le but de déterminer expérimentalement le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} d'un composite stratifié, une éprouvette préfissurée est soumise à un chargement en mode I : une ouverture est effectuée par une force appliquée perpendiculairement au plan de la fissure. Les impératifs conditionnant la géométrie de l'éprouvette concernent essentiellement sa longueur et sa largeur. La longueur de l'éprouvette doit permettre une propagation de la fissure d'environ 100mm à partir de la préfissure. Conformément à l'approche décrite dans le paragraphe précédent, G_{Ic} doit être déterminé sous des conditions où l'état de déformations planes (EDP) prévaut en fond de fissure. Pour ceci, il faut que la largeur de l'éprouvette soit suffisamment grande. L'essai Double Cantilever Beam (DCB) a été conçu pour que toutes ces conditions soient respectées. Cet essai a fait l'objet des normes ASTM D5528 et ISO 15024. Les éprouvettes utilisées sont des barreaux droits d'une longueur L supérieure à 125mm et d'une largeur b de 20mm (**Figure 3.10**). La norme ISO 15024 recommande une épaisseur $2h$ entre 3mm et 5mm pour des composites stratifiés. Les éprouvettes DCB disposent d'une préfissure d'environ 40mm de long située à mi-épaisseur. [ISO, 02]

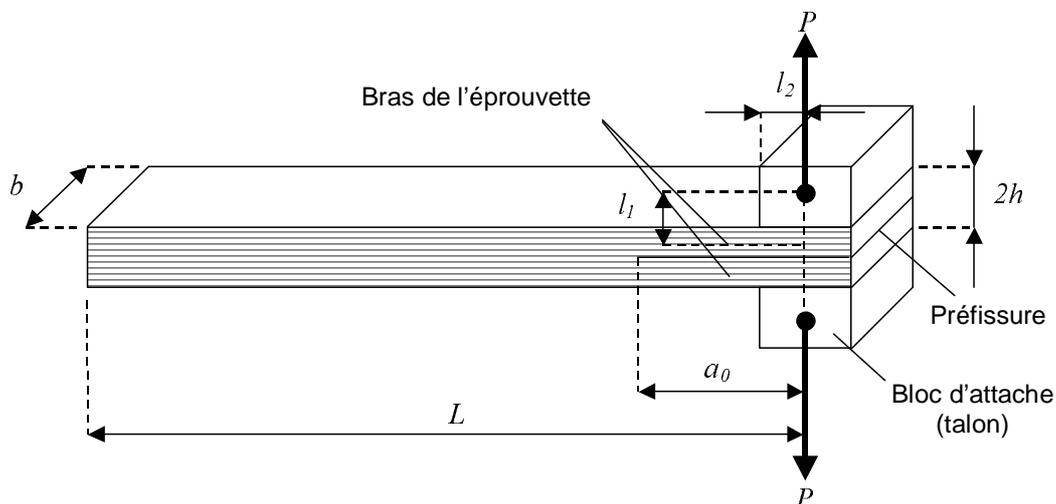


Figure 3.10 : Essai Double Cantilever Beam (DCB) – géométrie des éprouvettes.

Conformément à la norme, les symboles utilisés dans le présent chapitre sont les suivants :

a_0 – longueur de délaminage initiale (insert) ;

a – longueur de délaminage ($a = a_0 + \Delta a$) ;

P – charge appliquée ;

l_1 – distance entre le centre de l'axe de chargement et le plan médian de la poutre ;

l_2 – distance entre le centre de l'axe de chargement et les bords du bloc d'attache.

Afin d'appliquer l'effort d'ouverture, des blocs d'attache (talons) sont collés sur les bras de l'éprouvette. Pour garantir la perpendicularité entre l'effort appliqué et le plan de propagation, chaque talon est repris par un axe permettant des positions angulaires du bras de l'éprouvette par rapport à la direction du chargement. Compte tenu des talons, la longueur initiale effective de la fissure est d'environ 30mm. Tandis que l'essai DCB « classique » prévoit une ouverture quasi-statique, c'est à dire à une vitesse très faible (0,5mm/min), les vitesses d'ouverture envisagées dans le cadre de la présente étude, seront comprises entre quasi-statique et 10m/s.

3.4.1 La méthode de la complaisance

Par la suite, nous considérons l'ouverture d'une éprouvette DCB à vitesse élevée. La mise en charge consiste en un déplacement δ à une vitesse $\dot{\delta}/2$ imposée à chacun des talons. Au cours de la mise en charge, l'effort P , l'ouverture δ et la longueur de fissure a sont mesurés et enregistrés. La **Figure 3.11** montre l'éprouvette DCB chargée.

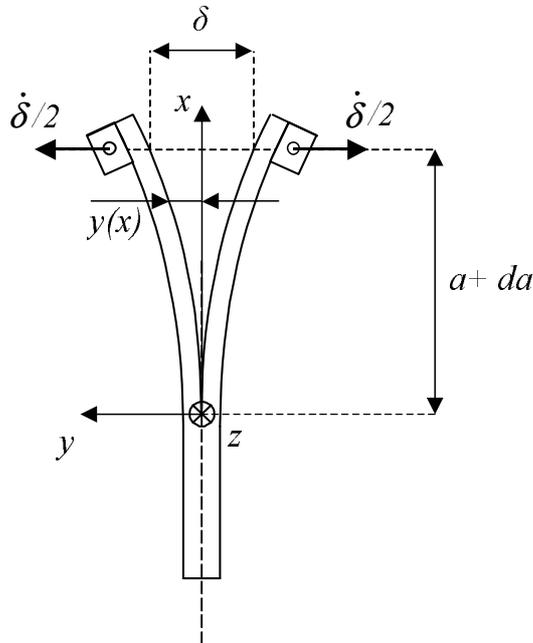


Figure 3.11 : Schéma de l'éprouvette DCB sous chargement.

Le traitement des données expérimentales suit la méthode de la complaisance basée sur l'équation (3.20). Pour calculer G_{Ic} , il est donc indispensable de connaître la valeur de l'effort critique P_c et de déterminer la relation entre la complaisance C et la longueur de fissure a . Sous l'effet de la charge P , les deux bras de l'éprouvette sont fléchis jusqu'à ce que P atteigne sa valeur critique P_c et la fissure commence à se propager. En première approximation, on considère les bras de l'éprouvette comme des poutres encastrées de longueur a , l'encastrement se situant en fond de fissure (**Figure 3.12**). Selon la théorie des poutres d'Euler et Bernoulli, l'équation de la ligne de flexion d'un bras déformé est la suivante :

$$y(x) = \frac{Pa^3}{3EI_z} \left(\frac{3ax^2 - x^3}{2a^3} \right) \quad \text{avec} \quad I_z = \frac{bh^3}{12}. \quad (3.23)$$

Ici, E est le module d'Young du matériau vu en flexion et I_z le moment d'inertie correspondant à une flexion autour de l'axe z . La flèche maximale y_{max} au bout libre du bras devient alors

$$y(x=a) = \frac{\delta}{2} = \frac{Pa^3}{3EI_z} \quad (3.24)$$

L'hypothèse des poutres encastrées fournit donc une relation simple entre la complaisance C et la longueur de fissure a :

$$C = \frac{2}{3EI_z} a^3 \quad (3.25)$$

En introduisant la dérivée de C par rapport à a dans l'équation (3.19), on obtient la définition du taux de restitution d'énergie en mode I sous l'hypothèse des poutres encastrees :

$$G_I = \frac{P^2 a^2}{bEI_z} - \frac{1}{b} \frac{dE_c}{da} \quad (3.26)$$

3.4.2 Prise en compte de l'énergie cinétique dans le traitement des données

Dans l'équation (3.26), E_c est l'énergie cinétique des deux bras en mouvement. Or, la vitesse de déplacement des éléments de volume du bras dans la direction y est fonction de l'ordonnée longitudinale x . L'hypothèse de la poutre encastree implique que la vitesse du bras est nulle en fond de fissure (à $x=0$). La vitesse d'ouverture imposée aux talons fait que la vitesse maximale est égale à $\dot{\delta}/2$ à l'endroit $x=a$. La **Figure 3.12** montre schématiquement le profil de vitesse $\dot{y}(x)$ sur la longueur du bras d'une éprouvette DCB sollicitée à vitesse d'ouverture $\dot{\delta}$.

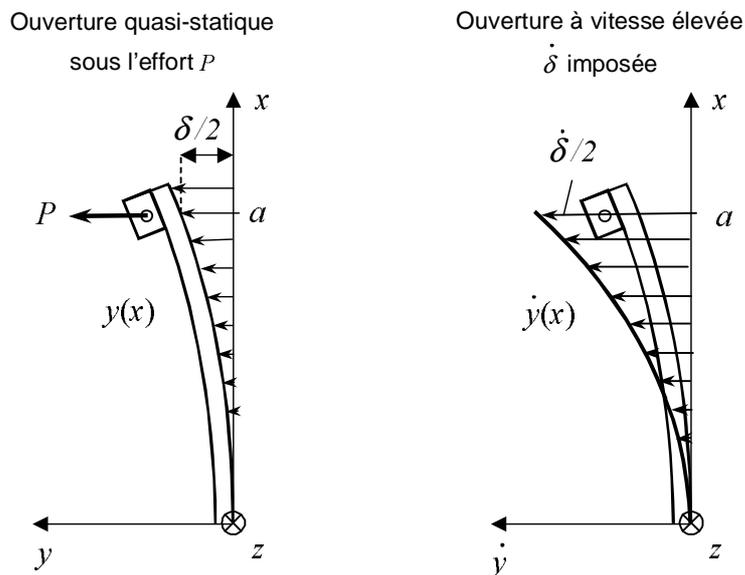


Figure 3.12 : Profil de déplacement / profil de vitesse sur la longueur d'un bras.

Lors d'une ouverture à vitesse $\dot{\delta}$ constante, l'énergie cinétique totale reste inchangée tant que la fissure ne se propage pas. Dans le calcul de G_{Ic} , seule la variation d'énergie au cours de la propagation de fissure rentre en jeu (dE_c/da). La variation de E_c au cours de la propagation est due à l'augmentation de la longueur et donc de la masse du bras : dès qu'il y a propagation de la fissure, des nouveaux éléments de masse sont rajoutés au bras et se déplacent à leur tour à la vitesse $\dot{y}(x)$. Par l'effet d'inertie, ces éléments de masse s'opposent à la propagation de la fissure. Pour un chargement à vitesse élevée, nous attendons donc une résistance plus forte de l'éprouvette au début de la propagation ce qui devrait se traduire par un effort critique plus élevé. La **Figure 3.13** montre un bras de l'éprouvette à deux instants au cours de la propagation de la fissure. Les deux états sont espacés d'un incrément de temps Δt pendant lequel la fissure se propage d'un incrément d'allongement Δa . La propagation de la fissure entraîne une diminution instantanée de la courbure du bras. Une partie de l'énergie élastique emmagasinée est donc absorbée par la propagation. Typiquement, cet effet se traduit par une chute de l'effort P au moment de la propagation.

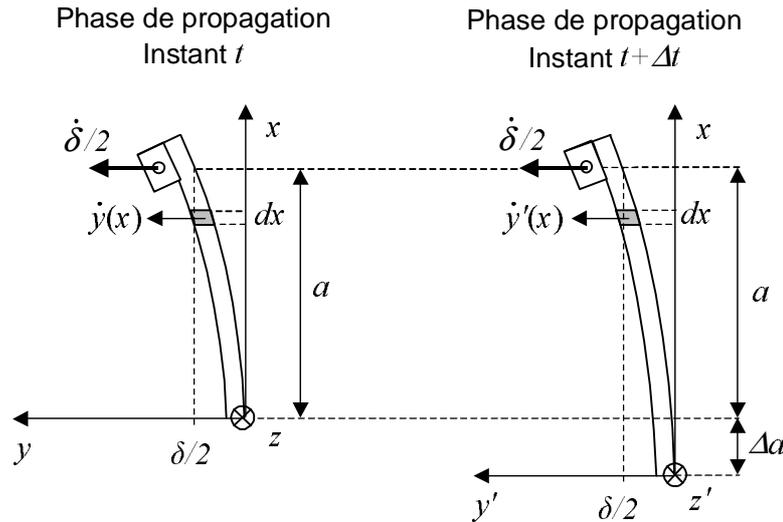


Figure 3.13 : Variation de l'énergie cinétique E_c au cours de la propagation de la fissure.

La vitesse de déplacement à l'extrémité du bras ($x = a$) est imposée par le chargement extérieur et donc constante jusqu'à l'arrêt de l'ouverture. L'énergie cinétique des talons reste donc inchangée au cours de la propagation de la fissure. C'est pour cela que seulement la masse du bras est prise en compte dans le calcul de la variation de E_c . L'énergie d'un bras en mouvement d'ouverture est calculée en intégrant la vitesse de déplacement $\dot{y}(x)$ sur les éléments de masse du bras :

$$E_c = \int_0^a \frac{1}{2} (\dot{y}(x))^2 dm \quad (3.27)$$

On introduit la masse volumique du matériau ρ et la section du bras bh dans l'équation (3.27) pour obtenir

$$E_c = \frac{1}{2} \rho b h \int_0^a (\dot{y}(x))^2 dx \quad (3.28)$$

En dérivant l'expression (3.23) par rapport au temps, on trouve la vitesse de déplacement en direction y :

$$\dot{y}(x) = \frac{\dot{\delta}}{2} \frac{3ax^2 - x^3}{2a^3} \quad (3.29)$$

Quand un déplacement symétrique par rapport au plan de la fissure est imposé aux deux bras, la vitesse maximale atteinte par les masses en mouvement est $\dot{\delta}/2$ (par rapport à $\dot{\delta}$ pour le cas d'un chargement unilatéral). Après intégration de l'équation (3.28), on dérive l'expression obtenue par rapport à la longueur de la fissure a pour obtenir la contribution de l'énergie cinétique à G_I .

$$\frac{dE_c}{bda} = \frac{33}{560} \rho h \dot{\delta}^2 > 0 \quad (3.30)$$

On constate que le terme dE_c/da est toujours supérieur à zéro : l'énergie cinétique augmente systématiquement lorsque la fissure se propage. En plus, le terme est constant pour une vitesse d'ouverture donnée. Il est indépendant de la longueur de fissure a et ne varie pas en fonction du temps. Ce résultat nous permet finalement d'écrire la définition du taux de restitution d'énergie

critique selon la méthode de la complaisance pour un chargement en mode I à la vitesse d'ouverture $\dot{\delta}$ (Equation 3.31).

$$G_I = \frac{P^2 a^2}{bEI_z} - \frac{33}{560} \rho h \dot{\delta}^2 \quad (3.31)$$

Pour mieux appréhender la contribution de l'énergie cinétique, nous considérons également la fin de la phase de propagation (point 2). La **Figure 3.14** montre l'éprouvette à l'état juste après l'arrêt d'une ouverture rapide imposée aux extrémités des bras. Ici, l'inertie des masses en mouvement devrait engendrer une déformation temporelle des deux bras (indiquée en traits pointillés) et conduire éventuellement à une propagation supplémentaire de la fissure par rapport à un chargement quasi-statique imposant la même ouverture $\delta_{\text{imposé}}$. L'énergie cinétique devrait donc retarder la propagation du délaminage au départ (P_c plus élevé) et engendrer une propagation supplémentaire à l'arrêt du mouvement d'ouverture. L'allongement plus important de la fissure devrait se traduire par une raideur réduite de l'éprouvette à la décharge élastique.

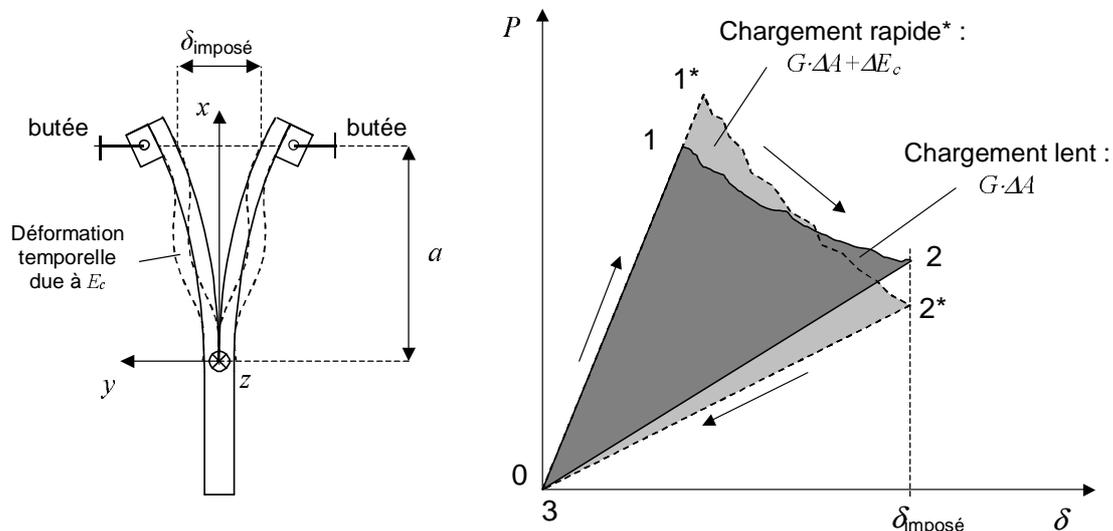


Figure 3.14 : Effet de l'énergie cinétique lors d'un chargement à vitesse élevée.

Le matériau de cette étude a une masse volumique ρ de 1570 kg/m^3 . L'épaisseur h des bras des éprouvettes utilisées est $2,08 \text{ mm}$. La contribution de l'énergie cinétique à G_I est donc de $4,8 \text{ J/m}^2$ pour une vitesse d'ouverture de 5 m/s et de $19,2 \text{ J/m}^2$ pour une vitesse d'ouverture de 10 m/s . Par rapport à la valeur moyenne de $G_{Ic} \approx 170 \text{ J/m}^2$ trouvée par Surcin pour le même stratifié [Sur03], cela correspond respectivement à $2,8\%$ et $11,3\%$. Pour une vitesse d'ouverture de 3 m/s , l'erreur commise quand on néglige E_c est de $1,0\%$ de cette valeur de référence. Pour les conditions de chargement et le matériau de cette étude, la contribution de E_c peut donc être considérée comme négligeable jusqu'à une vitesse d'ouverture de 3 m/s .

Ce résultat confirme celui d'une étude sur G_{Ic} de stratifiés quasi-unidirectionnels verre/polyester menée par Pardo [Par01]. Dans cette étude, la contribution de E_c s'est avérée être négligeable pour une ouverture symétrique à des vitesses jusqu'à 3 m/s imposée à des éprouvettes DCB faites du stratifié en question. Par contre, pour un déplacement d'ouverture unilatéral (imposé à un seul des deux bras), Smiley [Smi87] avait montré que la contribution de l'énergie cinétique est à prendre en compte à partir d'une vitesse d'ouverture $\dot{\delta}$ de $0,67 \text{ m/s}$.

Par la suite de la présente étude, le terme dE_c/da dans l'équation (3.20) sera négligé.

3.4.3 Le calibrage de complaisance modifié

Pour des vitesses d'ouverture inférieures à 3m/s et sous l'hypothèse de la validité de la théorie des poutres, G_I est défini par

$$G_I = \frac{P^2 a^2}{bEI_z} \quad (3.32)$$

Compte tenu de la différence entre le module en traction et celui en compression pour ce type de matériau, le choix du module E adapté s'avère être délicat. De plus, les bras de l'éprouvette ne sont pas parfaitement encastrés en fond de fissure : le matériau du tronc non fissuré de l'éprouvette dispose d'une certaine souplesse permettant une légère courbure des bras également en voisinage immédiat de la pointe de fissure. Le calibrage de complaisance modifié (*modified compliance calibration*) décrit par la norme ISO 15024 [ISO02] se rapproche des conditions réelles en introduisant dans la méthode de complaisance des facteurs de correction pour tenir compte de la présence des blocs d'attache (N) et des grandes ouvertures atteintes lorsque la longueur de délaminage a est importante (F).

$$F = 1 - \frac{3}{10} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 - \frac{2}{3} \left(\frac{\delta l_1}{a^2} \right) \quad \text{correction relative aux déplacements importants} \quad (3.33)$$

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^3 - \frac{9}{8} \left[1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^2 \right] \frac{\delta l_1}{a^2} - \frac{9}{35} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 \quad \text{correction relative aux blocs d'attache} \quad (3.34)$$

l_1 et l_2 sont des paramètres géométriques définis par la **Figure 3.10**. Les deux facteurs sont introduits dans l'équation (3.21) comme suit :

$$G_I = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} \frac{F}{N} \quad (3.35)$$

Afin de s'affranchir du module d'Young E vu en flexion présent dans l'équation (3.32), la méthode introduit le paramètre m :

$$m = \left(\frac{bC}{N} \right)^{1/3} \frac{2h}{a} \quad (3.36)$$

Ce paramètre décrit la linéarité de C^3 en fonction de a postulée par la théorie des poutres. Il est déterminé expérimentalement comme cela sera détaillé ci-dessous et au paragraphe 3.6.1. L'introduction de m dans l'équation (3.35) permet de trouver la définition de G_I selon le calibrage de complaisance modifié comme décrit par la norme ISO 15024 [ISO02].

$$G_I = \frac{3m}{2(2h)} \left(\frac{P}{b} \right)^2 \left(\frac{bC}{N} \right)^{2/3} F \quad (\dot{\delta} \leq 3m/s) \quad (3.37)$$

Pour tenir compte le plus possible des conditions réelles et dans l'intérêt de comparer nos résultats à ceux des travaux antérieurs, l'expression (3.37) est retenue comme définition de G_I dans le cadre de la présente étude.

La démarche expérimentale DCB appliquée en quasi-statique

La démarche expérimentale utilisée dans cette étude s'appuie sur le *calibrage de complaisance modifié* décrit par la norme ISO 15024 [ISO02]. La méthode a été légèrement modifiée pour pouvoir l'appliquer à un chargement à grande vitesse. Elle sera décrite en détail par la suite du présent paragraphe.

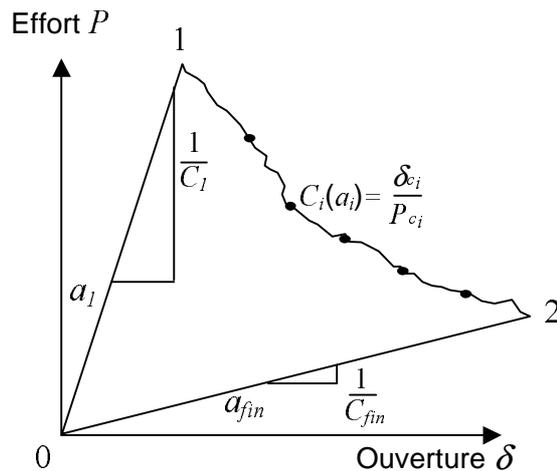


Figure 3.15 : Protocole expérimental d'un essai DCB quasi-statique. [ISO02]

En termes de protocole expérimental, la norme ne prévoit qu'une seule mise en charge de l'éprouvette (**Figure 3.15**). Entre les points 1 et 2, un régime de propagation stable est instauré où la fissure se propage à vitesse constante au fur et à mesure que l'ouverture des bras augmente. L'effort, l'ouverture et la longueur de fissure sont enregistrés quasiment en continu. Les valeurs (δ , P) obtenues en phase de propagation stable sont des valeurs critiques (δ_c , P_c) correspondant à une longueur instantanée de la fissure a_i . La complaisance est ensuite calculée à partir de ces points (δ_c , P_c) par $C = \delta/P$ et tracée sur la valeur a correspondante afin de déterminer expérimentalement une relation $C(a)$. (**Figure 3.16**)

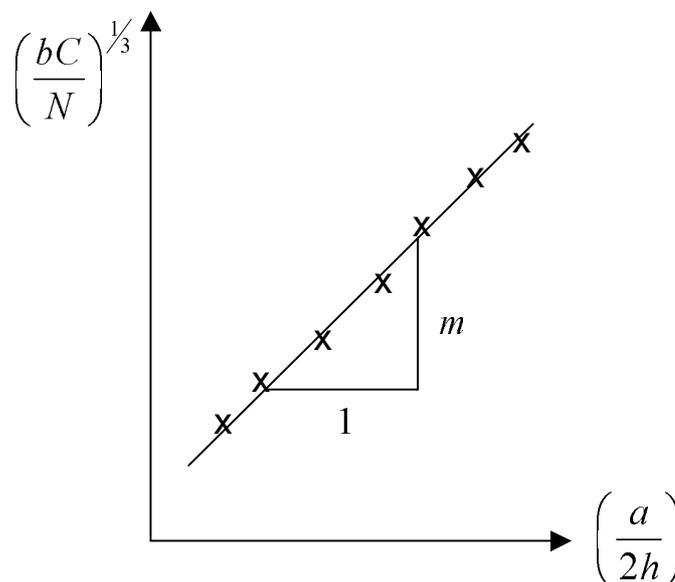


Figure 3.16 : Traitement des données selon le calibrage de complaisance modifié.

En tenant compte de la relation $C \propto a^3$ proposée par la théorie des poutres, la racine cubique de C normalisée par la largeur b est tracée en fonction de a normalisé par l'épaisseur $2h$. Ceci permet de déterminer la valeur du coefficient m comme étant la pente de la régression linéaire sur les

points de mesure obtenus. Avec ceci, le taux de restitution d'énergie critique en mode I G_{Ic} est calculé par

$$G_{Ic} = \frac{3m}{2(2h)} \left(\frac{P_c}{b} \right)^2 \left(\frac{bC}{N} \right)^{2/3} F \quad (3.38)$$

La démarche expérimentale appliquée lors des essais à vitesse élevée

Lors d'un chargement à vitesse élevée, il n'est pas sûr que le régime de propagation stable soit atteint. Comme l'essai est d'une durée très courte, la méthode a dû être adaptée au chargement à vitesse élevée. L'éprouvette est alors soumise à une série de plusieurs ouvertures à la même vitesse imposée. Chaque mise en charge entraîne une propagation de la fissure d'une dizaine de millimètres suivie par une décharge élastique (refermeture). Pour limiter la propagation de la fissure, l'ouverture δ imposée aux talons doit être contrôlée par une butée au niveau du dispositif expérimental. La **Figure 3.17** montre l'allure de la courbe $P = f(\delta)$ ainsi obtenue.

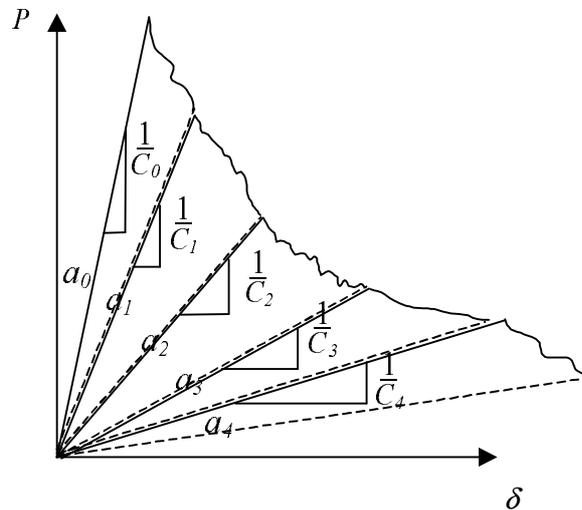


Figure 3.17 : Protocole expérimental appliqué lors des essais DCB à vitesse élevée.

La longueur de délaminage est mesurée avant chaque ouverture de l'éprouvette. Ici, la valeur de complaisance est obtenue en déterminant la pente de chaque mise en charge par régression linéaire. Chaque valeur de C correspond à la longueur de fissure a mesurée avant l'essai. Ensuite, les valeurs de C sont tracées sur a de la même façon que dans le cas d'un chargement statique afin de déterminer le paramètre m .

Indépendamment de la vitesse de sollicitation et de la méthode employée pour déterminer C , les valeurs G_{Ic} ainsi déterminées sont ensuite tracées en fonction de la longueur de fissure a . Ce diagramme s'appelle habituellement courbe de résistance ou courbe R. La valeur G_{Ic} est déterminée à partir de la courbe R. En respectant l'éventuelle différence entre la préfissure (insert) et la vraie fissure amorcée par la sollicitation, les mesures obtenues en tout début de chargement ne sont pas prises en compte. La valeur asymptotique adoptée par la courbe R au cours de l'essai pour des longueurs a plus élevées est retenue comme la valeur de G_{Ic} du matériau. (**Figure 3.18**)

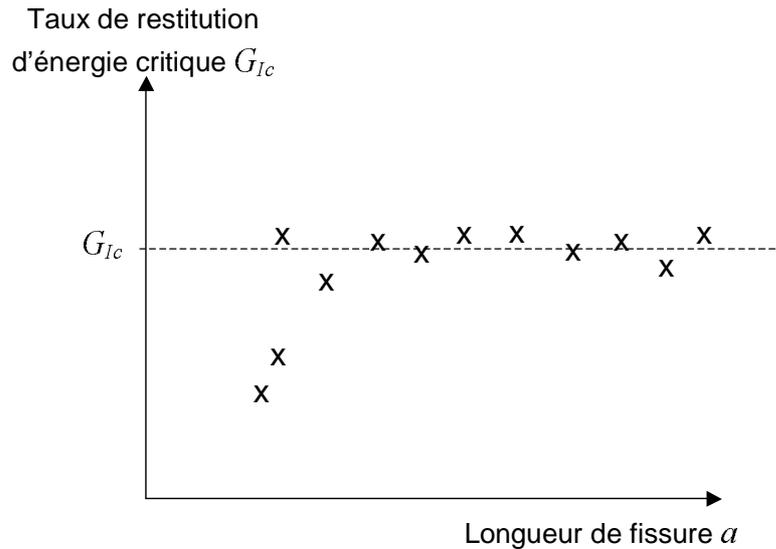


Figure 3.18 : Représentation schématique du résultat d'un essai DCB : courbe R.

3.4.4 Choix d'une vitesse représentative de la sollicitation du matériau

Dans l'objectif de déterminer l'influence de la vitesse de sollicitation sur le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} , on cherche à définir une vitesse représentative de la sollicitation du matériau. Or, cette dernière est fortement concentrée sur le matériau en voisinage du front de fissure. En plus, la vitesse locale d'ouverture de la fissure n'est pas identique à la vitesse d'écartement des bras $\dot{\delta}$: pour une vitesse $\dot{\delta}$ donnée, elle diminue quand la longueur de fissure a augmente. On cherche donc à s'affranchir des paramètres géométriques, notamment de l'épaisseur des bras et de la longueur de fissure. La vitesse de déformation locale du matériau devant la pointe de la fissure est pourtant difficile à estimer puisque le champ de contrainte représente une singularité en fond de fissure.

Smiley [Smi87] a proposé de calculer la vitesse d'ouverture de fissure localement, c'est à dire à une très petite distance r de la pointe. De manière arbitraire, il a choisi r égal à deux épaisseurs de pli (pour notre matériau, cela serait $r \approx 250\mu\text{m}$). La valeur de r est donc très petite devant la longueur de délaminage a . Smiley utilise une nouvelle fois la théorie des poutres pour calculer la vitesse de déplacement des bras $\dot{y}(x)$ à l'endroit $x=r$ (cf. **Figure 3.12** et équation (3.29)). Il définit alors la vitesse d'ouverture au fond de fissure \dot{Y}_{ct} comme étant la vitesse $2\dot{y}(x)$ à l'endroit $x=r$:

$$\dot{Y}_{ct} = 2\dot{y}(x=r) = \frac{3\dot{\delta}r^2}{2a^2}, \quad \text{avec } r = 2e_{pli} \quad (r \ll a) \quad (3.39)$$

En traçant les valeurs de G_{Ic} déterminées expérimentalement sur la valeur correspondante de \dot{Y}_{ct} , Smiley a trouvé une forte chute de G_{Ic} à une vitesse d'ouverture \dot{Y}_{ct} d'environ 10^{-6} m/s pour des composites graphite/époxy et graphite/PEEK. Cette vitesse d'ouverture en proximité du fond de fissure est indépendante de la longueur a , mais elle reste dépendante de la raideur du bras. Le concept reste approximatif dans la mesure où la sollicitation est décrite à une certaine distance, soit-elle petite, du phénomène physique observé.

Nous avons donc choisi de suivre l'approche de Kusaka et al [Kus98]. En analogie avec le taux de chargement \dot{K}_I utilisé en mécanique de la rupture, Kusaka propose la vitesse de chargement (« loading rate ») \dot{G}_I . Elle est définie comme étant la dérivée temporelle du taux de restitution d'énergie G_I . En dérivant l'équation (3.32) par rapport au temps pour une longueur de fissure a donnée et constante, on trouve pour \dot{G}_I l'expression donnée par l'équation (3.40).

$$\dot{G}_I(\delta) = \frac{dG_I}{dt} = G_I \frac{2\dot{\delta}}{\delta} \quad (3.40)$$

On rappelle que G_I est une fonction de P^2 et donc de δ^2 . A vitesse d'ouverture $\dot{\delta}$ constante, la vitesse de chargement $\dot{G}_I(\delta)$ croît donc proportionnellement à δ et atteint sa valeur maximale juste avant la propagation de la fissure. Il faut donc considérer \dot{G}_I à l'instant où P et δ atteignent leurs valeurs critiques :

$$\dot{G}_I = G_{Ic} \frac{2\dot{\delta}}{\delta_c} \quad (3.41)$$

L'approche de Kusaka fournit une vitesse indépendante de la géométrie de l'éprouvette, notamment de la longueur de fissure, et de la raideur des bras. Kusaka a appliqué cette approche à un stratifié carbone/époxy comparable à celui de cette étude. Il a trouvé une diminution des valeurs G_{Ic} déterminées à des vitesses de sollicitation proches des conditions statiques suivie par un palier incluant une vitesse d'ouverture imposée de 10m/s. La même méthode a été employée par Pardo [Par01]. Pourtant, Pardo a trouvé une relative insensibilité de G_{Ic} par rapport à \dot{G}_I pour un composite stratifié verre/polyester quasi-unidirectionnel et pour des vitesses d'ouverture allant de $2 \cdot 10^{-5}$ à 2,4 m/s.

3.5 Dispositif expérimental de délaminage en mode I à vitesse élevée

Rappelons ici que l'objectif de l'étude engagée était de déterminer expérimentalement la ténacité à la rupture interlaminaire des composites stratifiés à base d'époxy sollicités en mode I à vitesse élevée. La gamme de vitesses prévue va du quasi-statique à 20m/s. Après que le matériau de l'étude a été introduit au paragraphe 3.2 et la théorie correspondante a été détaillée aux paragraphes 3.3 et 3.4, le présent paragraphe décrira le dispositif expérimental conçu et réalisé à ce propos.

Alors que la méthode des essais Double Cantilever Beam (DCB) est bien établie pour un chargement en quasi-statique (standardisé par les normes ISO 15024 et ASTM D 5528), son extension au domaine des vitesses élevées (domaine dynamique) reste difficile. En quasi-statique, l'éprouvette est montée sur les mors d'une machine de traction classique et se trouve donc dans une position horizontale. La machine applique un chargement unilatéral, c'est à dire qu'un seul des deux mors se déplace. Au cours de l'ouverture, l'éprouvette entière est forcée de suivre le déplacement du mors mobile afin de rester dans une position d'équilibre entre les deux mors (**Figure 3.19**). Deux effets de masse interviennent dans le mouvement vertical de l'éprouvette : l'effet d'inertie et l'effet de la gravité. Lorsque le chargement est lent, l'ajustement en position de l'éprouvette ne joue pas ou très peu sur le résultat de l'essai.

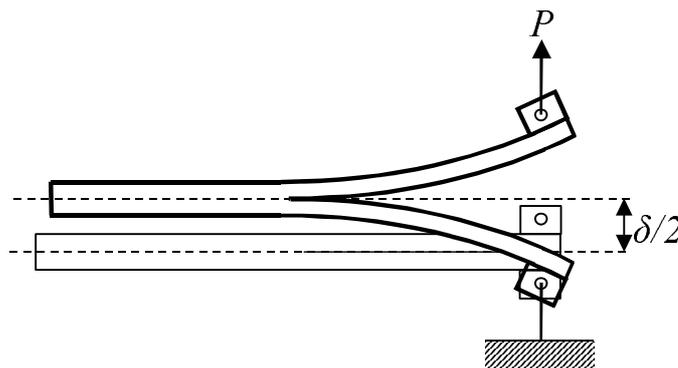


Figure 3.19 : Epreuve DCB sous chargement unilatéral (positions fermée et ouverte).

Lorsqu'on augmente la vitesse d'ouverture, l'effet de l'inertie prend rapidement de l'ampleur d'autant plus que le volume et donc la masse de l'éprouvette DCB sont relativement importants. Comme la durée de l'essai devient très courte, l'éprouvette n'a guère le temps de retrouver une position d'équilibre. L'inertie s'oppose au mouvement latéral du tronc de l'éprouvette ce qui entraîne une sollicitation en mode II du matériau en fond de fissure qui se superpose à la sollicitation principale en mode I. Il est évident que le chargement mixte en résultant ne permet pas de déterminer le taux de restitution d'énergie critique en mode I.

3.5.1 Conception d'un montage pour des essais DCB à vitesse élevée

Dans les travaux effectués au cours des dernières années, ce problème d'inertie a déjà été identifié et abordé par Pardo et Joannic [Par01]. L'approche expérimentale qui s'impose est celle d'une ouverture symétrique : à partir d'une vitesse d'ouverture critique estimée par Joannic à 0,5m/s, il faut appliquer un déplacement identique (mais en sens opposé) aux deux bras de l'éprouvette afin de maintenir les conditions d'un chargement en mode I [Joa00]. Grâce à l'ouverture symétrique, seuls les deux bras sont en mouvement et l'axe longitudinal de l'éprouvette

reste sur place. Selon Joannic, la condition nécessaire pour que les conditions du mode I soient respectées est l'identité de la courbure des deux bras de l'éprouvette. En plus, la vitesse des mors doit être réglable et constante sur la distance parcourue. Afin de réduire à un minimum l'influence de la gravité, un positionnement vertical de l'éprouvette a été favorisé. Un impératif supplémentaire venait du besoin de pouvoir limiter l'écartement des bras de l'éprouvette afin de pouvoir appliquer le protocole expérimental décrit au paragraphe 3.4.3. Le dispositif devait donc disposer d'une butée réglable permettant d'arrêter le mouvement d'ouverture même à vitesse élevée.

La machine de traction à grande vitesse (SCHENCK Hydropuls VHS 50/20) introduite au chapitre 2 du présent rapport répond aussi à un besoin fondamental de l'étude de délaminage : actionnée par un système hydraulique, elle est capable de générer des déplacements à vitesse constante dans une large gamme de vitesse. Elle est disponible au Laboratoire et a également servi à l'étude de l'endommagement du stratifié tissé sous traction à vitesse élevée. La partie mobile de la machine fait un mouvement de descente à vitesse constante et réglable entre 10^{-3} et 20 m/s. Notre choix s'est donc dirigé vers l'adaptation à cette machine d'un montage qui transforme le mouvement de descente de la machine en un mouvement d'écartement symétrique. La **Figure 3.20** montre le schéma du montage conçu.

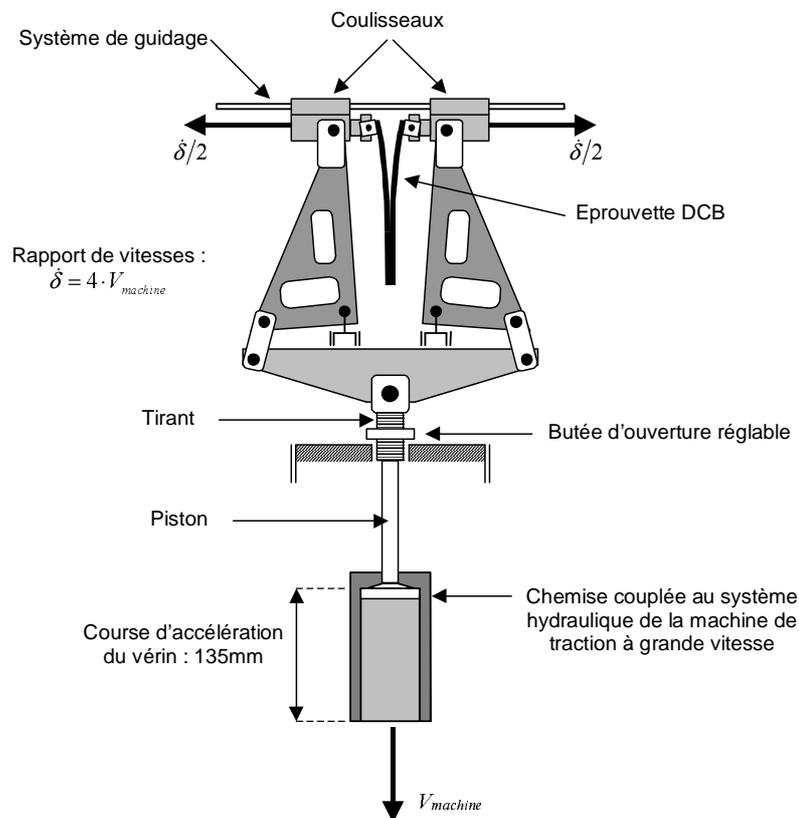


Figure 3.20 : Schéma du dispositif expérimental de mode I à vitesse élevée.

La partie mobile de la machine est représentée par le système d'accélération (un piston se déplaçant à l'intérieur d'une chemise) en bas de la figure. L'éprouvette se trouve dans une position verticale ; elle n'est tenue qu'à ses deux talons par les coulisseaux du système de guidage (la partie supérieure du montage). Son extrémité basse n'est pas soutenue ni guidée.

L'essai est précédé par une phase d'accélération de la partie mobile de la machine. Grâce au système d'accélération, cette phase est effectuée à vide. Elle permet à la chemise en bas d'atteindre la vitesse commandée. Au bout de la course d'accélération, piston et chemise rentrent en contact et le mécanisme est entraîné. Idéalement, l'entraînement se fait dès le départ à la vitesse commandée. La descente du tirant entraîne une rotation des deux leviers triangulaires autour de leurs points d'attache respectifs et donc un écartement des deux coulisseaux. Ce dernier

est à l'origine de l'ouverture de l'éprouvette. Tant que la vitesse de la machine est constante, la vitesse d'ouverture l'est aussi. La géométrie des leviers triangulaires fait qu'il y a un rapport de 4 entre la vitesse du tirant et celle de l'écartement des deux coulisseaux.

Comme pour les essais de traction simple à vitesse élevée (cf. chapitre 2), des adaptations sont nécessaires pour assurer la fin de l'essai. Afin d'appliquer le protocole expérimental décrit au paragraphe 3.4.3, il est nécessaire d'arrêter l'essai avant la rupture finale de l'éprouvette. Ici, l'arrêt du mouvement se fait grâce à une butée réglable : le mouvement d'ouverture s'arrête lorsque le tirant arrive en butée (**Figure 3.20**). Néanmoins, il faut permettre à la machine d'achever sa course à la vitesse commandée. Pour ce faire, le montage entier est monté glissant et guidé dans des rainures verticales en PVC. Ceci fait qu'il peut se déplacer verticalement par rapport au bâti de la machine quand l'effort de traction surmonte le frottement dans les guidages. A partir du moment où le tirant arrive en butée, le dispositif entier se met donc à descendre. Ceci permet à la machine de poursuivre sa course jusqu'au bout tout en maintenant constant l'écartement du montage et donc l'ouverture de l'éprouvette.

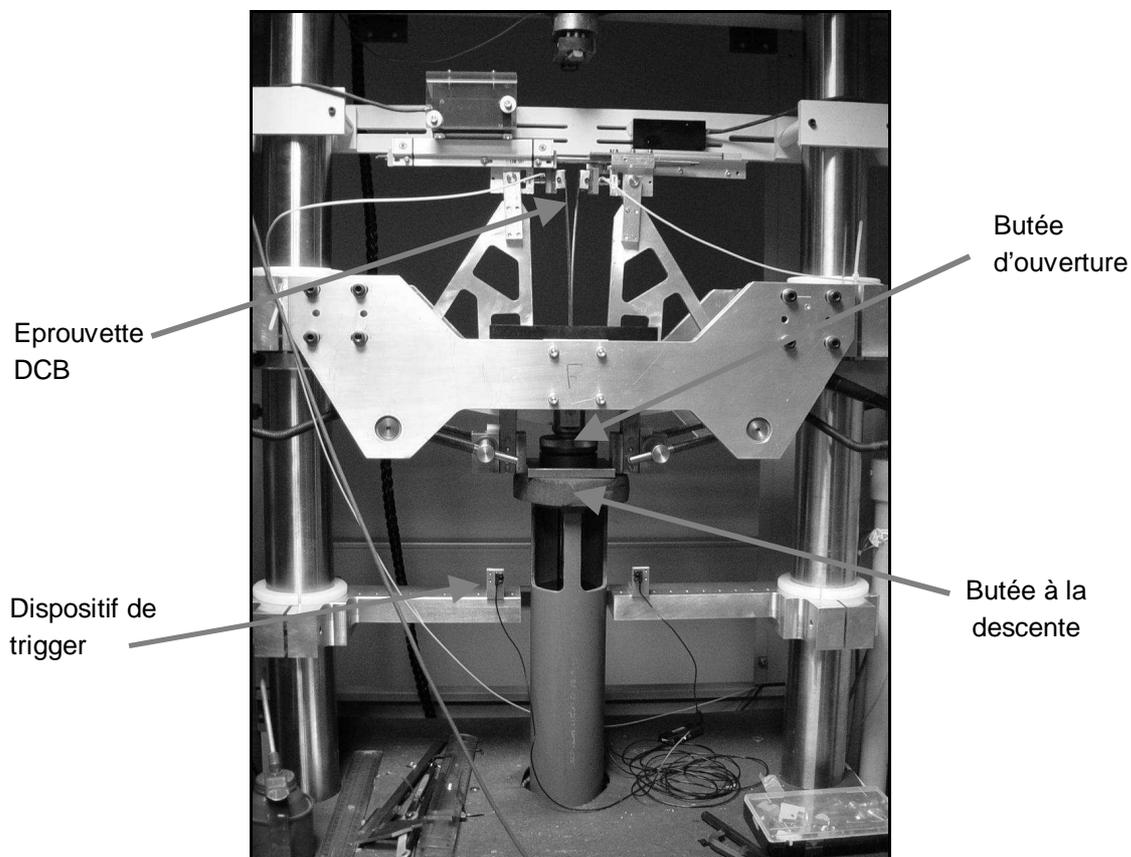


Figure 3.21 : Banc d'essai pour les essais de délaminage à vitesse élevée (position finale).

3.5.2 Les systèmes de mesure et d'acquisition des données

Lors d'un essai de type DCB, trois mesures sont essentielles : l'ouverture de fissure δ , l'effort d'ouverture P et la longueur de la fissure a . Dans ce but, le dispositif expérimental a été équipé en capteurs de déplacement et de force. Les défis principaux dans le choix des capteurs venaient du fait que l'effort d'ouverture est très faible (0...100N), le déplacement relativement grand (jusqu'à 20mm) et la durée du phénomène mesuré extrêmement courte. Il est donc d'une importance majeure que le capteur dispose d'un temps de réponse très court. En plus, il faut éviter que le

capteur rentre dans son domaine de résonance et s'assurer que le capteur n'entraîne pas d'effet de filtrage par rapport au phénomène mesuré. Le même cahier des charges s'applique aux conditionneurs de signal, aux amplificateurs de mesure éventuels et au système d'acquisition. Pour un chargement à vitesse élevée, un critère supplémentaire est de mesurer les informations cherchées au plus proche possible de l'éprouvette afin de minimiser l'influence des phénomènes dynamiques comme par exemple la propagation d'ondes de choc.

Plusieurs impératifs s'appliquent au capteur de déplacement choisi : d'abord, il doit disposer d'une plage de mesure d'environ 20mm parce que les ouvertures de fissure mesurées deviennent importantes quand la fissure s'accroît. Le déplacement mesuré intervient à une vitesse qui peut atteindre jusqu'à 10m/s (pour une vitesse d'ouverture de 20m/s). Afin de pouvoir détecter des vibrations, le capteur est censé être sensible au sens (aller/retour) du déplacement mesuré.

Notre choix s'est dirigé vers un système de mesure sans contact. Le capteur choisi est composé d'une règle à graduation magnétique (HEIDENHAIN LIM 501) et d'une tête de lecture (HEIDENHAIN AK LIM 85). Attachée au coulisseau du dispositif expérimental, la règle se déplace en face de la tête qui, elle, est fixée au bâti de la machine et reste immobile (**Figure 3.22**). Le déplacement du coulisseau est ainsi décelé par la tête de lecture qui sert de capteur et de conditionneur de signal en même temps. Chaque tête de lecture sort deux signaux en Volt variant sous forme de sinusoïde en fonction de la position de la règle. Les deux signaux sont décalés d'un quart de période ce qui permet d'établir une représentation *Lissajous* typique d'un signal de codeur. La valeur en Volt indique la position de la règle avec une périodicité du signal de 10,24mm. La combinaison des deux signaux permet de détecter le sens du déplacement. Il est donc possible de mesurer le déplacement relatif du coulisseau par rapport à une position initiale arbitraire. La plage de mesure du système n'est limitée que par la longueur de la règle. La vitesse maximale admise est de 10m/s. La précision de mesure spécifiée par le fabricant à $\pm 0,1\text{mm}$ a été vérifiée par l'intermédiaire d'une table micrométrique (pour un déplacement très lent) et par un capteur optique (KEYENCE) pour des déplacements à des vitesses élevées jusqu'à 2,5m/s.

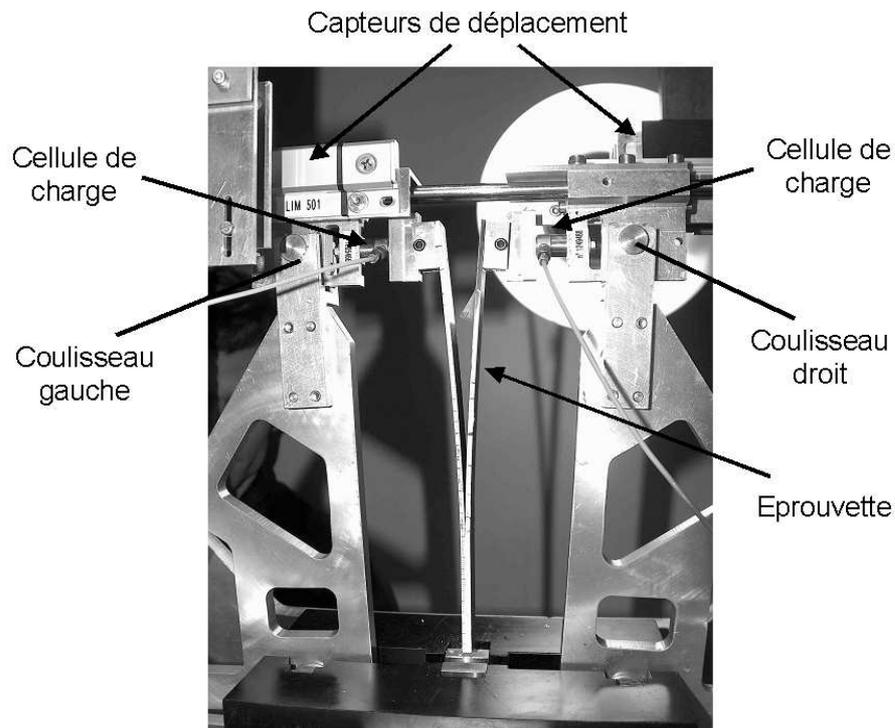


Figure 3.22 : Systèmes de mesure du dispositif expérimental DCB.

En mode I, les efforts nécessaires pour propager le délaminage dans un stratifié sont relativement faibles. Le capteur de force utilisé sur notre montage doit donc être capable de détecter des efforts entre 1 et 100N à une précision de ± 1 N. Un autre impératif est qu'il soit d'une rigidité suffisamment élevée pour que sa déformation soit négligeable devant le déplacement d'ouverture. En plus, une rigidité importante entraîne une fréquence propre élevée ce qui permet d'éviter que le capteur entre en résonance lorsqu'il subit un chargement dynamique.

Comme la symétrie des efforts appliqués représente un critère essentiel pour la validité de l'essai, chaque coulisseau est pourvu d'un capteur piézoélectrique : il s'agit d'une rondelle KISTLER 9001A placée entre le coulisseau et le support du talon, afin de pouvoir mesurer l'effort au plus près de l'éprouvette et donc du phénomène observé (**Figure 3.22**). Ce capteur a une capacité de 7,5kN. Pour détecter des efforts en traction et en compression, le capteur est soumis à une précontrainte de 2kN lors du montage. L'ensemble capteur-coulisseau est ensuite étalonné sur un dispositif de traction pour atteindre la précision exigée dans la plage de mesure allant de 0 à 100N. Lors d'un chargement à vitesse élevée, la masse suspendue au capteur (ici, c'est le support du talon, l'axe et le talon même) a un effet perturbateur à la mise en vitesse et à l'arrêt du dispositif. En sus de la masse des deux bras de l'éprouvette, cette masse doit être accélérée au début de l'essai et décélérée à l'arrêt. Le capteur décèle donc un effort supplémentaire en traction au départ et un pic en compression à la fin de l'essai. Nous avons donc essayé de minimiser cette masse en utilisant des talons creux et des supports en aluminium. La masse m restant suspendue au capteur est d'environ 25g. En tenant compte de la rigidité k du capteur de 10^9 N/m (valeur indiquée par KISTLER), la fréquence propre du capteur monté f_0 calculée selon l'équation

(3.42) est de l'ordre de 30kHz.

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (3.42)$$

Une variation de la force agissant sur le capteur conduit à une différence de potentiel de l'ordre de 3,5 pC/N (Pico-Coulomb par Newton). Afin d'être décelable par des instruments de mesure, ce signal est amplifié par un conditionneur de signal (KISTLER 5011B) pour obtenir un voltage entre 0 et 10V. Comme le capteur, l'amplificateur utilisé doit répondre aux exigences d'un chargement à grande vitesse. Afin d'éviter un filtrage du signal par le conditionneur, la bande passante de l'amplificateur doit contenir un spectre large vers le domaine des hautes fréquences. Avec une fréquence maximale de 200kHz pour le conditionneur utilisé, la bande passante inclut six harmoniques de la fréquence propre du capteur f_0 . Cela a été considéré comme suffisant, compte tenu du fait que le chargement réel doit rester bien en dessous de cette fréquence.

Dans le cadre de cette étude, la longueur de délaminage est suivie visuellement. Pour la rendre visible, les tranches de l'éprouvette sont recouvertes d'une couche fine de peinture blanche. La fissure apparaît comme trait noir fin sur la tranche blanchie. La peinture choisie doit disposer d'une bonne adhésion au substrat, mais d'un comportement fragile sous chargement. Lorsque la peinture est trop élastique, elle est capable de couvrir des petites craquelures. La fissure risque alors de se propager en dessous de la peinture sans être détectée. Une bombe de peinture à base d'époxyde s'est avérée être bien adaptée à ce besoin. Afin de trouver aisément la valeur de a , une graduation millimétrique a été déposée sur chaque tranche par un marqueur permanent à pointe fine. Cette méthode simple permet de déterminer la longueur de fissure avant et après chaque mise en charge avec une précision limitée à $\pm 0,25$ mm. On peut ainsi attribuer la valeur de complaisance déterminée lors de la mise en charge à la longueur de fissure a correspondante. La méthode ne donne pourtant pas accès à la vitesse de propagation de la fissure pendant l'essai.

Le cahier des charges du système d'acquisition des données est comparable à celui des systèmes de mesure. Le système d'acquisition doit reproduire de manière fidèle le signal de sortie des capteurs. Or, tout enregistrement de données est soumis à une fréquence d'acquisition qui définit un nombre limité de points de mesure par unité de temps. Si la fréquence est trop faible, le signal enregistré risque d'être tronqué ou filtré par rapport au signal sorti par les capteurs. Les quatre capteurs du dispositif génèrent six signaux en Volt à acquérir : quatre signaux provenant des capteurs de déplacement et deux des capteurs de force. La durée minimale de l'essai a été estimée à 0,1ms pour le cas extrême d'une ouverture de 2mm effectuée à 20m/s. La durée de la mise en charge s'allonge considérablement quand la longueur de fissure augmente et quand l'ouverture nécessaire devient plus grande.

Deux cartes d'acquisition rapide (National Instruments PCI-6110) se trouvent au cœur du système d'acquisition utilisé. Chaque carte dispose de quatre voies d'entrée avec une fréquence maximale de 5 MHz par voie. On dispose donc de huit voies dont deux restent disponibles pour des capteurs supplémentaires comme par exemple des jauges de fissuration. Les cartes étant synchronisées entre elles, l'acquisition est déclenchée par un seul signal TTL (un échelon entre +4V et 0V). Ce signal est généré par un dispositif externe installé sur la machine de traction : deux cellules optiques IR placées de part et d'autre du dispositif détectent le passage de la chemise à une hauteur critique juste avant que le mécanisme soit entraîné (**Figure 3.21**). Au signal de trigger, le système déclenche un enregistrement de 10000 points de mesure sur chaque canal à la fréquence d'acquisition réglée par l'utilisateur. Pour une acquisition à la fréquence maximale de 5MHz, la durée d'acquisition résultante est de 2ms.

L'acquisition est pilotée par un logiciel développé sous LabView par la société MESULOG. Il permet à l'utilisateur de choisir les voies d'acquisition et de régler différents paramètres (durée et fréquence d'acquisition, plage des données). Lors d'un essai, le logiciel initialise les cartes, récupère les données et libère ensuite la mémoire (buffer) sur les cartes. Une fois l'acquisition terminée, le logiciel fait la reconversion des valeurs de tension enregistrées en grandeur physique correspondante (force en N, longueur en mm) selon des échelles spécifiées par l'utilisateur. Le logiciel transforme notamment les signaux de codeur issus des capteurs de déplacement en déplacement relatif : il recale la valeur de départ à zéro et fait une compensation de la périodicité du signal (le saut intervenant tous les 10,24mm) pour obtenir un déplacement relatif par rapport à la position initiale. Tous les résultats sont affichés graphiquement à l'écran et écrits dans un fichier ASCII permettant leur post-traitement par l'intermédiaire d'un logiciel tableur.

3.6 Résultats expérimentaux et discussion

3.6.1 Etude statique : Détermination de G_{Ic} par essai DCB

Afin de déterminer le taux de restitution d'énergie critique en mode I, G_{Ic} , le stratifié unidirectionnel (UD) carbone/époxy T300/914 a été soumis à un essai DCB en quasi-statique. Cela devait nous permettre d'établir la référence de G_{Ic} par rapport aux essais à vitesse élevée prévus par la suite de l'étude.

La démarche expérimentale et le traitement des données se sont appuyés sur le calibrage de complaisance modifié décrit par la norme NF ISO 15024. La machine *TEST 810 Vidéotraction* utilisée est une machine de traction mécanique à vis qui permet d'effectuer des mises en charge à des vitesses dans la gamme de quelques mm/min. L'effort appliqué a été relevé par une cellule de charge située en dessous de la traverse. Comme les efforts d'ouverture sont particulièrement faibles (inférieurs à 100N), le déplacement mesuré de la traverse sert de mesure d'ouverture de l'éprouvette. Les photos ci-dessous montrent la disposition de l'éprouvette sur la machine.



Figure 3.23: Dispositif expérimental DCB en quasi-statique.

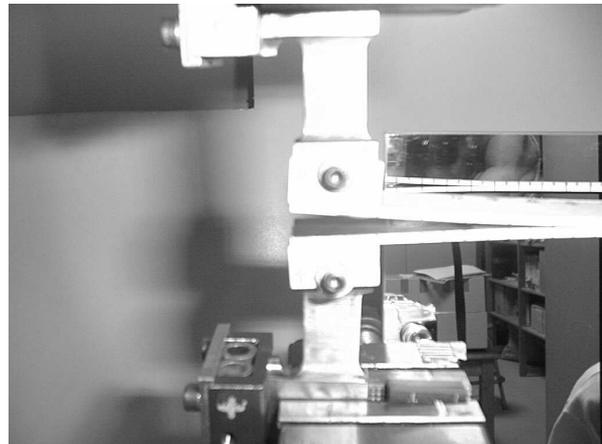


Figure 3.24: Essai de délaminage quasi-statique sur le stratifié UD T300/914 (carbone/époxy).

La vitesse de déplacement de la traverse a été contrôlée à 0,5mm/min ($8,3 \cdot 10^{-6}$ m/s). La mesure de la propagation de fissure a été effectuée visuellement grâce à des graduations en mm tracées sur les deux tranches de l'éprouvette. Cela nous a permis de détecter des éventuelles différences entre les longueurs de délaminage relevées sur les deux bords. Lors des essais en quasi-statique, la correspondance entre les deux valeurs de a était bonne, la différence ne dépassant pas 1mm.

La norme prévoit un premier chargement ayant pour but d'amorcer une vraie pré-fissure par propagation du délaminage de 3 à 5mm à partir de l'insert (a_0) mis en place lors de la fabrication de l'éprouvette. Cette phase permet à la fissure de traverser la zone située en voisinage immédiat de l'insert, une zone riche en résine et donc peu représentative du composite testé. La première mise en charge est suivie par une décharge élastique (re-fermeture de l'éprouvette). L'essai consiste ensuite en une remise en charge de l'éprouvette entraînant une propagation stable du délaminage. Au cours d'une propagation d'environ 50mm, l'effort P et l'ouverture δ sont mesurés en continu et la longueur de délaminage est relevée au moins tous les 5mm de propagation afin d'obtenir les « points PROP ». La propagation est considérée comme stable si la fissure s'allonge au fur et à mesure que l'ouverture des bras augmente. Dans ce cas, l'avancement de la fissure se termine dès que le mouvement d'ouverture s'arrête.

Eu égard à la démarche expérimentale employée en dynamique, la remise en charge en quasi-statique a été interrompue par plusieurs décharges élastiques. De cette manière, les données obtenues ont pu être traitées suivant les deux méthodes introduites au paragraphe 3.4.3 afin de déterminer la complaisance C . Par la première, la complaisance est déterminée lors du régime de propagation stable à partir des points PROP en utilisant les valeurs instantanées de δ et P . Ceci revient à considérer des sécantes à la courbe $P(\delta)$ passant par l'origine. La deuxième prévoit de considérer la pente des remises en charge afin de trouver la valeur C correspondante par inversion. Dans ce cas, la courbe de régression linéaire ne passe pas forcément par l'origine. Ici, les deux méthodes ont été appliquées en parallèle sur les données provenant du même essai.

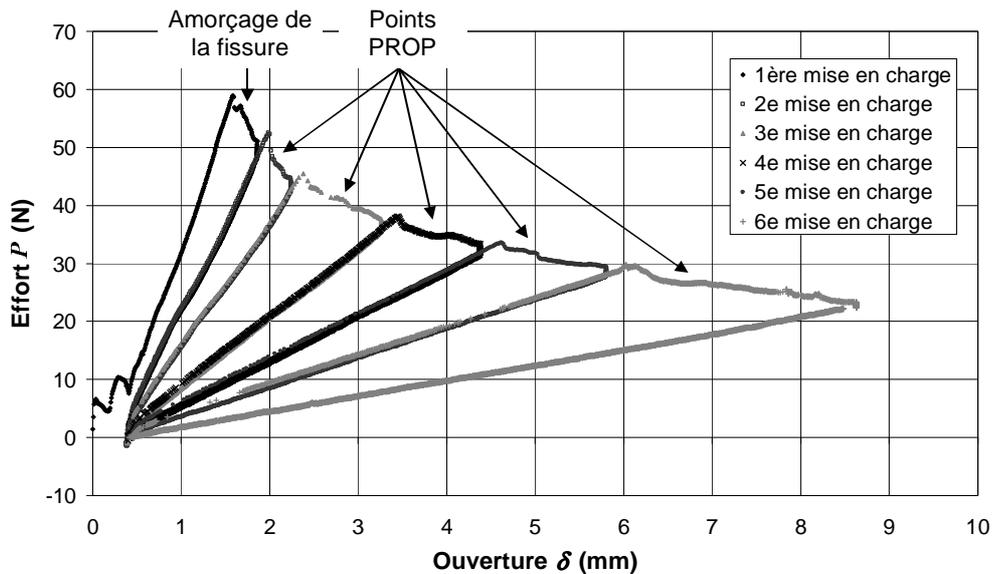


Figure 3.25: Essai DCB quasi-statique sur le stratifié T300/914 (carboneUD/époxy).

Le résultat brut sous forme d'une courbe de l'effort P tracé sur l'ouverture δ est montré par la **Figure 3.25**. En tout, six chargements ont été effectués, chacun allant jusqu'à propagation de la fissure et suivi d'une décharge élastique. Des artefacts en tout début de la première mise en charge sont vraisemblablement dus à la création de la pré-fissure à partir de l'insert. La **Figure 3.26** montre les courbes de régression linéaire utilisées pour déterminer les valeurs de complaisance.

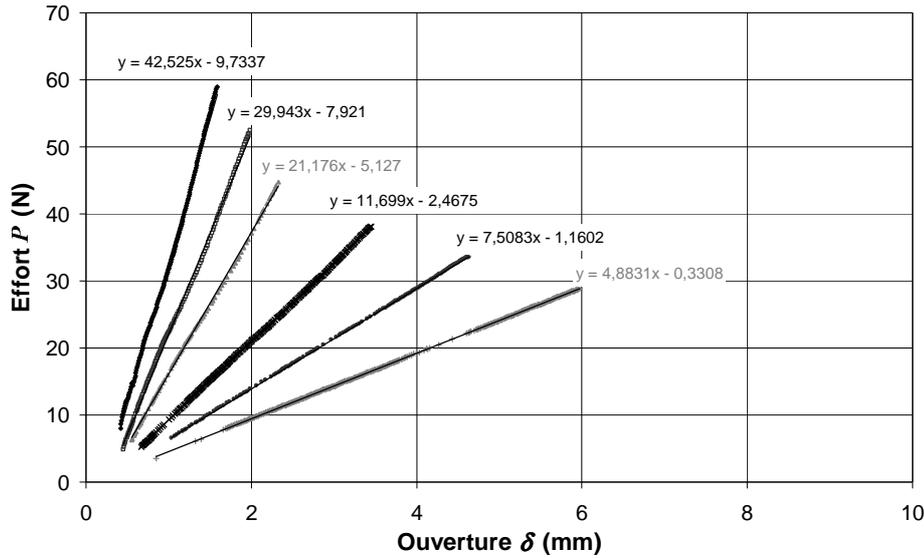


Figure 3.26: Détermination des valeurs de complaisance C à partir des cycles charge-décharge.

Suivant la démarche du *Calibrage de Complaisance Modifié (MCC)*, la racine cubique de la complaisance C (normalisée par b et N) est tracée en fonction de la longueur de délaminage a (normalisée par l'épaisseur h du bras). La valeur du paramètre m correspond à la pente de la droite obtenue (**Figure 3.27**). Bien que les valeurs de C calculées en utilisant les deux méthodes ne soient pas identiques, la valeur de m fournie était égale à 0,083 dans les deux cas.

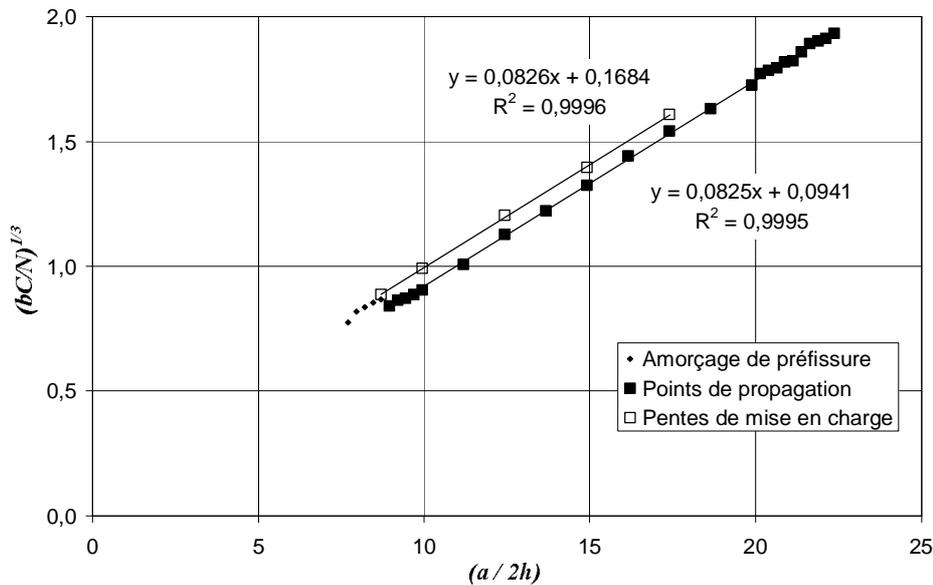


Figure 3.27 : Détermination du paramètre m par régression linéaire.

Les corrections F et N ont été calculées selon les expressions (3.33) et (3.34) en utilisant l'ouverture critique δ_c , la longueur a et les paramètres géométriques l_1 et l_2 . Ensuite, le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} a pu être calculé selon l'équation (3.37). G_{Ic} est tracé en fonction de la longueur de délaminage a pour obtenir la courbe de résistance (*courbe R*) (**Figure 3.28**).

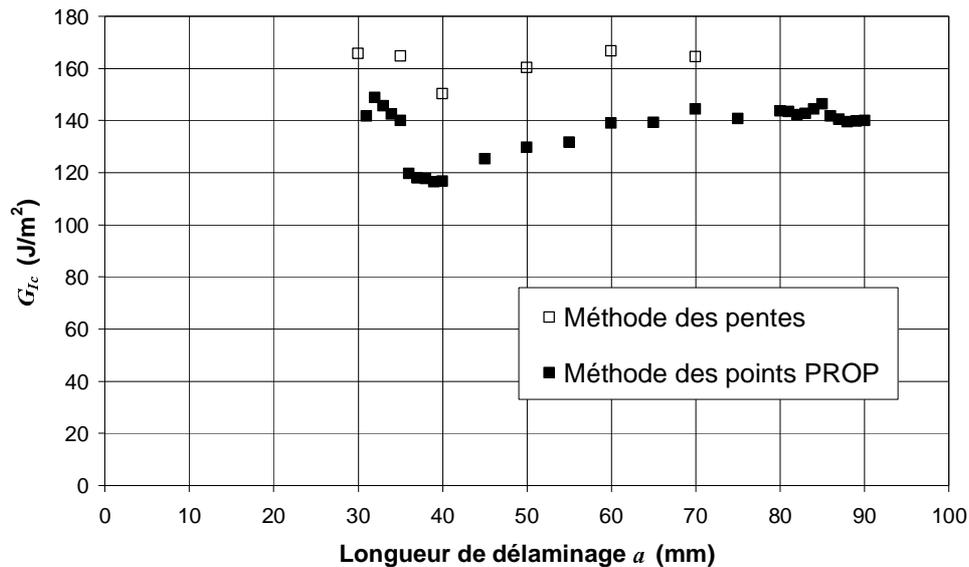


Figure 3.28 : Courbe R résultant de l'essai DCB en quasi-statique sur T300/914.

Pendant la phase d'amorçage de la fissure, G_{Ic} s'accroît en même temps que la longueur de délaminage. La courbe R montre donc une allure *typique* selon la norme ISO 15024. Les valeurs déterminées à partir des points PROP sont représentées par des symboles pleins et ont tendance à se stabiliser sur une valeur de $G_{Ic}=142,0 \text{ J/m}^2$. Les symboles creux représentent les résultats obtenus à partir des pentes et laissent supposer une valeur de 160 J/m^2 pour G_{Ic} . La dernière valeur est bien comparable aux résultats de Surcin [Sur03] qui a trouvé pour le même stratifié (T300/914) $161,6 \text{ J/m}^2$ par un traitement des données suivant la théorie des poutres, et $184,5 \text{ J/m}^2$ suivant la méthode de la complaisance. Les pentes des mises en charge semblent donc donner un résultat de meilleure qualité que les points PROP. Pour un stratifié comparable (Torayca T300 / époxy), Sohn et Hu [Soh95] ont trouvé des valeurs autour de 200 J/m^2 . A basse vitesse d'ouverture, Smiley et Pipes [Smi87] avaient déterminé 170 J/m^2 pour un autre stratifié carbone/époxy (AS4/3501-6). Toutes les valeurs obtenues ici sont considérablement plus élevées que la valeur de la matrice seule : le fournisseur des préimprégnés HEXCEL indique une valeur de 103 J/m^2 pour G_{Ic} de la matrice époxyde 914. Ceci souligne une influence non-négligeable des fibres même si le matériau est chargé perpendiculairement aux plis.

La valeur de G_{Ic} déterminée pour le matériau de notre étude en quasi-statique nous servira de référence par la suite de cette étude. Elle permettra notamment de valider le dispositif expérimental et la méthode de traitement des données utilisés lors des essais à vitesse élevée : il s'agira donc de reproduire d'abord le même résultat sur le nouveau dispositif à vitesse d'ouverture très faible avant de procéder successivement à des vitesses plus élevées.

3.6.2 Etude à vitesse élevée : Influence de la vitesse de chargement sur G_{Ic}

La démarche expérimentale des essais à vitesse élevée prévoit environ quinze mises en charge de chaque éprouvette à la même vitesse d'ouverture. La position de la butée est ajustée de manière à ce que l'ouverture atteinte augmente d'une mise en charge à l'autre. Afin de pouvoir déterminer facilement les valeurs critiques d'effort et d'ouverture sur les courbes, une propagation de fissure d'environ 10mm à chaque ouverture est envisagée. Pour ce faire, l'incrément d'ouverture entre les différentes mises en charge est successivement augmentée (de 1 mm au départ jusqu'à 4 mm pour des longueurs a importantes).

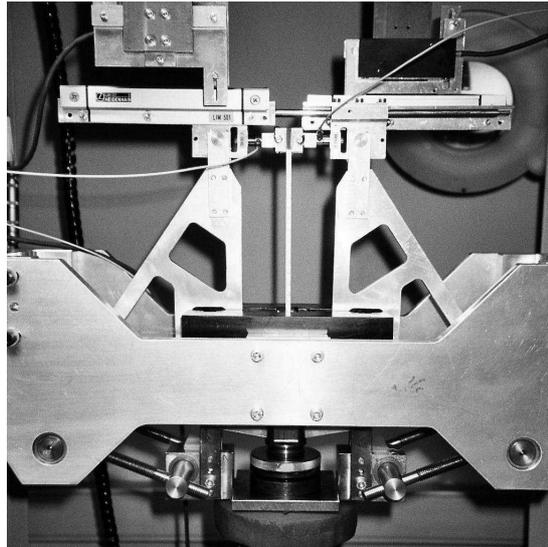


Figure 3.29 : Dispositif expérimental pour les essais de délaminage en mode I à vitesse élevée.

L'acquisition des signaux de déplacement et de force est effectuée sur une base de temps commune. La vitesse réelle d'ouverture est déterminée a posteriori à partir des données $\delta(t)$ obtenues. La longueur de délaminage a est relevée visuellement avant et après chaque mise en charge sur les deux tranches de l'éprouvette. Dans un premier temps, seulement les essais sans apparition visible de pontage de fibres ont été pris en compte. Dans ce cas, la différence en avancement de la fissure sur les deux tranches restait inférieure à 1mm. En plus, les mesures de a ont été vérifiées post mortem à partir des lignes d'arrêt sur le faciès de rupture. Il s'est avéré que, lors des arrêts, le front de fissure était d'environ 1mm plus avancé à cœur que sur les bords. La mesure de a sur les tranches de l'éprouvette a donc tendance à sous-estimer la longueur de délaminage. La valeur de a retenue pour l'exploitation des données est donc une valeur moyennée du front de fissure observé sur le faciès de rupture.

La première éprouvette a été chargée à faible vitesse, 4mm/s. Puis, la vitesse a été augmentée progressivement jusqu'à 1600mm/s. Abstraction faite d'une perturbation de mise en vitesse au tout début du chargement, une relation linéaire a été trouvée entre l'effort et l'ouverture de l'éprouvette jusqu'au moment où la fissure commence à se propager. A titre d'exemple, la **Figure 3.30** montre les courbes de force-ouverture issues d'un essai à 240mm/s.

La perturbation au début est vraisemblablement due au fait que, lors d'un chargement réel, la montée en vitesse n'est pas parfaitement instantanée. Les masses impliquées (les talons et les bras de l'éprouvette) subissent une forte accélération pour atteindre la vitesse de l'essai. Pour les courbes $P(\delta)$ obtenues, ceci se traduit par une « bosse » intervenant tout au début du chargement et représentative de l'effort supplémentaire nécessaire pour accélérer les masses en mouvement.

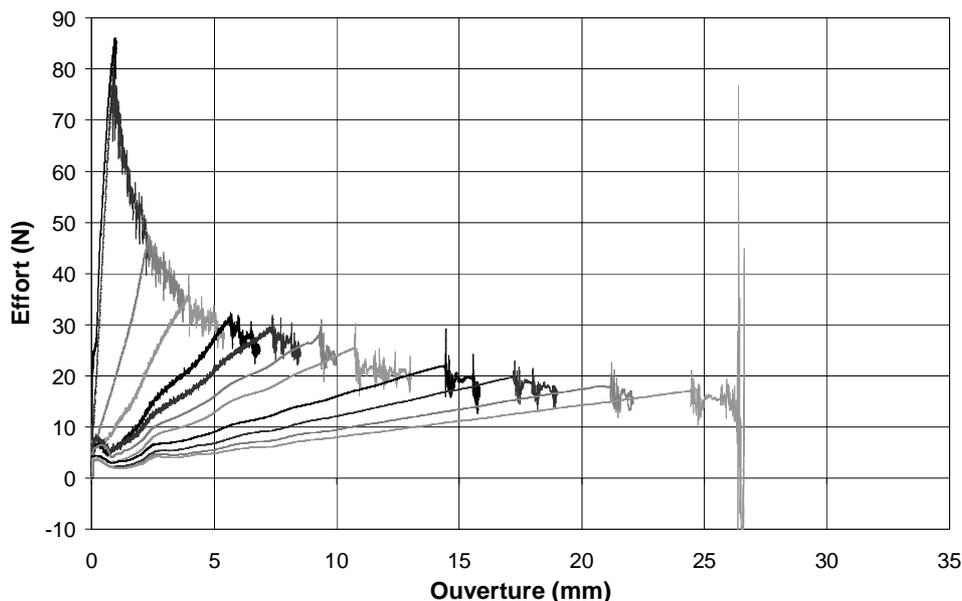


Figure 3.30 : Essai de délaminage à une vitesse d'ouverture $\dot{\delta}=0,24$ m/s.

En contrepartie, l'énergie supplémentaire apportée lors de la montée en vitesse au début de l'essai doit être dissipée au moment où le montage expérimental arrive en butée et le mouvement d'ouverture s'arrête. Cette fois-ci, l'inertie des masses crée une chute temporaire de l'effort mesuré et donc une perturbation dans le sens opposé par rapport à la mise en charge. Quand la vitesse d'ouverture augmente, la perturbation d'accélération au début de chaque mise en charge gagne rapidement en ampleur et les courbes perdent leur linéarité au moins sur la première partie du chargement. La **Figure 3.31** montre le résultat brut d'un essai DCB à 1,0 m/s.

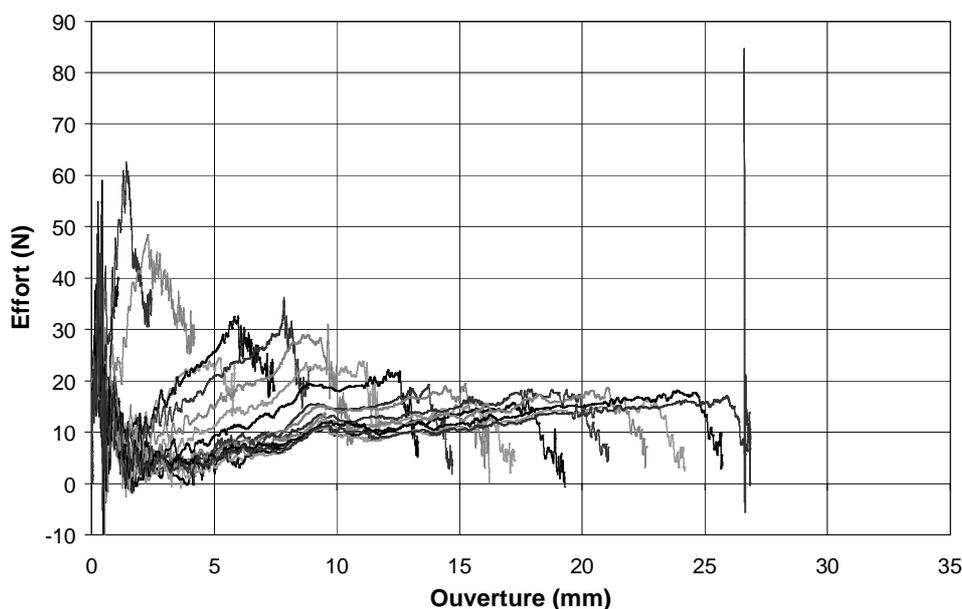


Figure 3.31 : Résultat d'un essai de délaminage à $\dot{\delta}=1,0$ m/s.

Comme un de nos objectifs était d'évaluer les capacités (et les limites) de l'approche expérimentale, les essais ont été effectués sans ajout d'éléments amortisseurs. Le choc au début du chargement déclenche des oscillations qui doivent être amorties pour retrouver le comportement linéaire avant que la fissure se propage. Sous ces conditions, une vitesse d'environ

2 m/s s'avère être un maximum en termes de validité de l'essai. Au-delà de cette valeur, les perturbations déséquilibrent le chargement de manière à ce que la symétrie des efforts n'est plus donnée. La **Figure 3.32** montre le résultat d'un essai à 1,6 m/s.

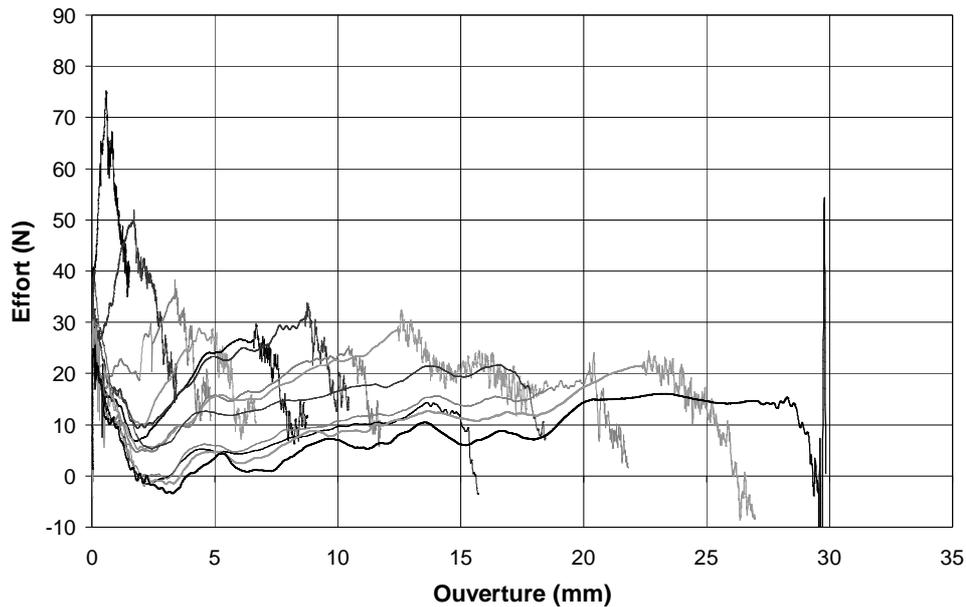


Figure 3.32 : Essai de délaminage à $\dot{\delta} = 1,6$ m/s.

La fin de l'ouverture est marquée par une perturbation d'arrêt en sens opposé (sens compression) à celui de la perturbation de départ (sens traction). Celle-ci entraîne une chute temporaire de l'effort qui risque de se superposer à la chute de l'effort due à la propagation de la fissure et donc d'entraver la détermination des valeurs critiques d'effort et d'ouverture. Il est donc important que l'incrément d'ouverture d'un chargement à l'autre soit suffisamment grand pour que la propagation de fissure intervienne bien avant l'arrivée en butée du montage. Ceci permet d'identifier les valeurs de P et δ critiques à la propagation de la fissure à partir des données obtenues.

Les valeurs de complaisance C sont déterminées par inversion des coefficients directeurs des courbes charge-ouverture obtenues. La perturbation de départ a été exclue de la régression linéaire. Les courbes de régression linéaire ne passent donc pas systématiquement par l'origine ($\delta=0$; $P=0$). La racine cubique de la complaisance normalisée, $(bC/N)^{1/3}$, est ensuite tracée en fonction de la longueur de fissure normalisée correspondante, $a/2h$, afin de déterminer le coefficient m . Malgré la perte de linéarité des courbes $P(\delta)$ à vitesse élevée, le graphique de la **Figure 3.33** montre une relation raisonnablement linéaire même lors d'une ouverture rapide de 1,6m/s.

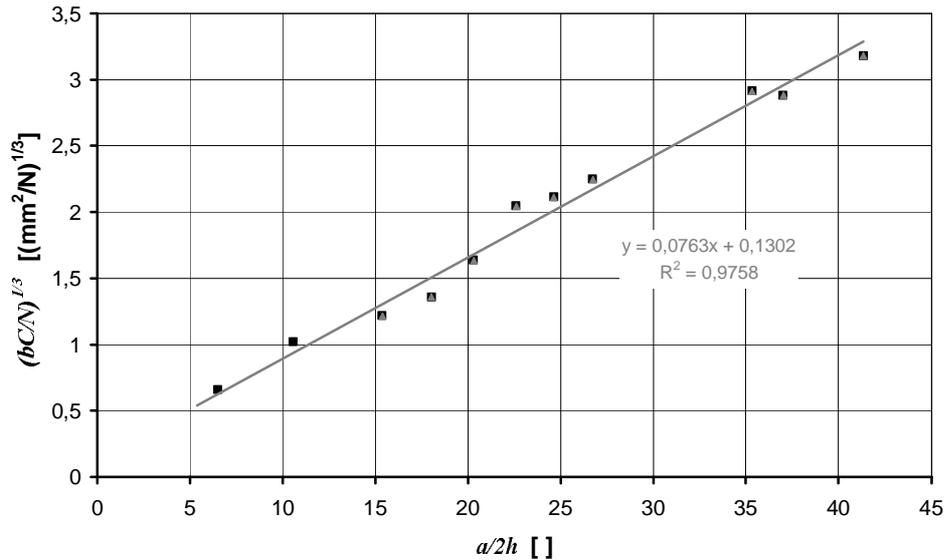


Figure 3.33 : Détermination du paramètre m sur les données $C(a)$ d'un essai à $\dot{\delta}=1,6$ m/s.

Comme dans le cas d'un chargement en quasi-statique, G_{Ic} est calculé en introduisant le paramètre m et les corrections F et N dans l'expression (3.37). Les vitesses réelles d'ouverture ont été déterminées à partir des données de déplacement mesurées. Chaque courbe de résistance obtenue correspond à une série d'ouvertures sur la même éprouvette et donc à une vitesse d'ouverture $\dot{\delta}$ donnée. La **Figure 3.34** compare les courbes R pour trois vitesses d'ouverture aux valeurs obtenues en quasi-statique. Les valeurs de G_{Ic} sont dispersées autour d'une moyenne de 186 J/m^2 . Pour la vitesse maximale présentée ici ($1,6 \text{ m/s}$), le terme dE_c/da dans l'équation (3.20) donne une valeur de $0,48 \text{ J/m}^2$ correspondant à $0,26\%$ de la valeur moyenne de G_{Ic} . On confirme donc que la contribution de l'énergie cinétique à G_{Ic} est effectivement négligeable dans la gamme de vitesses étudiée.

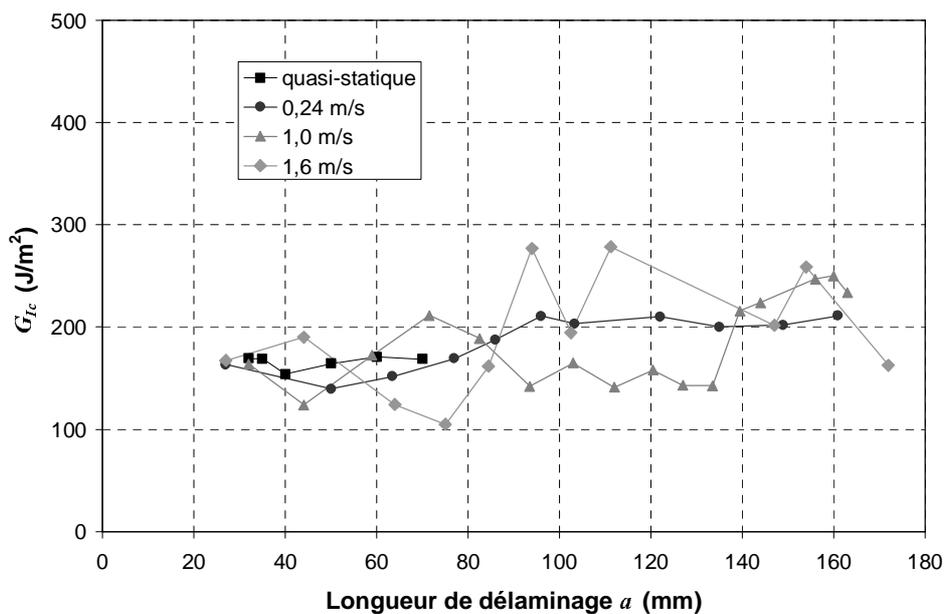


Figure 3.34 : Courbes R obtenues pour différentes vitesses d'ouverture.

Comme la sollicitation est fortement concentrée (localisée) sur le matériau en voisinage de la fissure, la vitesse d'ouverture appliquée aux extrémités des bras n'est pas représentative du chargement du matériau. A vitesse d'ouverture constante, la vitesse de chargement du matériau en fond de fissure diminue au fur et à mesure que la longueur a augmente. Pour tenir compte de la longueur a ainsi que de la raideur des bras, Kusaka et al. ont introduit la vitesse de chargement \dot{G}_I définie de manière analogue à \dot{K}_I en intensité de contrainte (cf. paragraphe 3.4.4).

Afin de mieux appréhender cette approche, nous avons d'abord étudié l'évolution de G_I en fonction de l'ouverture δ . La **Figure 3.35** montre cette évolution pour l'essai à $\dot{\delta} = 0,24$ m/s. Lorsque la longueur de fissure a (et donc la complaisance C) reste constante, G_I est proportionnel à P^2 . Avant d'atteindre sa valeur critique G_{Ic} , le taux de restitution d'énergie augmente proportionnellement au carré de δ . Le tracé de G_I en fonction de δ fait donc apparaître une parabole. Les courbes ont été coupées au moment de la propagation de fissure. La valeur maximale atteinte par chaque courbe correspond à G_{Ic} . Elle est représentée ici par un losange creux.

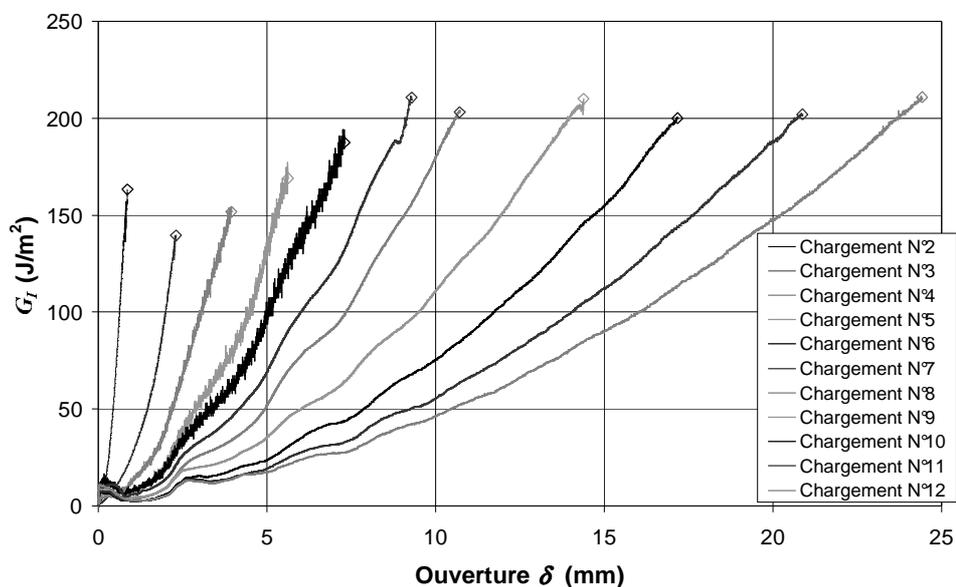


Figure 3.35 : Evolution du taux de restitution d'énergie G_I en fonction de l'ouverture δ . Données provenant d'un essai DCB à une vitesse d'ouverture de 0,24 m/s.

Ensuite, la dérivée temporelle du taux de restitution d'énergie, dG_I/dt , a été étudiée. Etant donné que G_I est une fonction quadratique de δ et que δ varie linéairement avec le temps, on attend que la dérivée dG_I/dt soit proportionnelle à l'ouverture δ . En réalité, la linéarité des courbes dans **Figure 3.36** est entravée par la perturbation d'accélération au début du chargement. Néanmoins, le caractère linéaire se manifeste sur la dernière partie à l'approche de la propagation de fissure. La dérivée dG_I/dt s'accroît donc au fur et à mesure que δ augmente et atteint un maximum (local) au moment où la fissure se propage. Selon Kusaka, cette valeur maximale (marquée par un carré creux dans la figure) est désignée par le terme « vitesse de chargement » (loading rate) \dot{G}_I et adoptée comme indicateur pour l'effet de vitesse sur G_{Ic} .

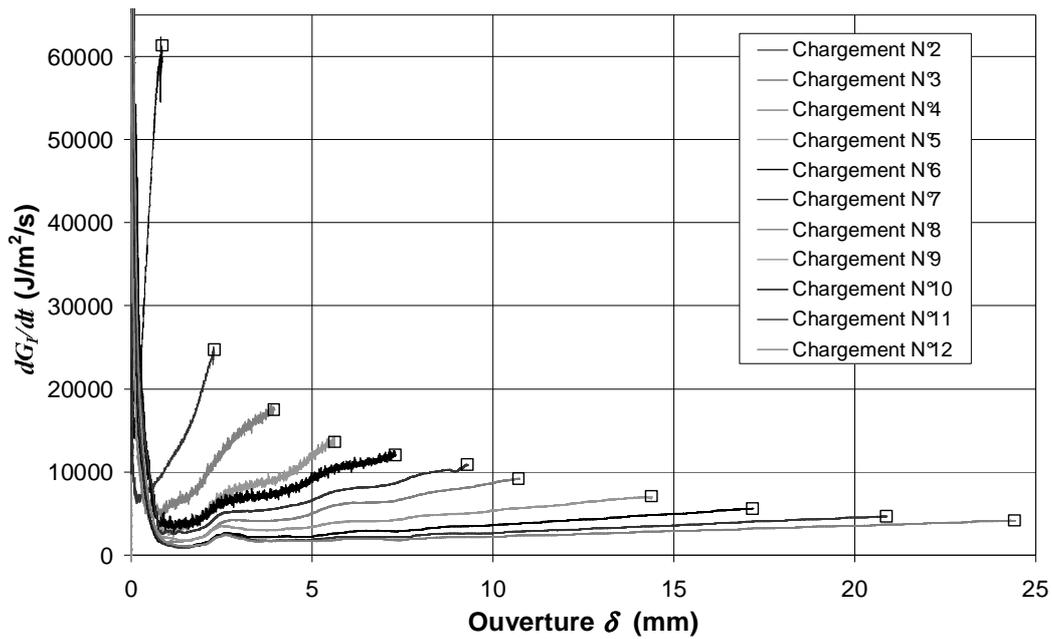


Figure 3.36 : Développement du taux de chargement \dot{G}_I (loading rate) en fonction de l'ouverture δ . Données provenant d'un essai DCB à une vitesse d'ouverture de 0,24 m/s.

Afin de déterminer l'influence de la vitesse sur la résistance interlaminaire, le taux de restitution d'énergie critique, G_{Ic} , est tracé en fonction de la vitesse de chargement (critique) \dot{G}_I (Figure 3.37). Les résultats ont été obtenus en effectuant des essais DCB à des vitesses d'ouverture allant de 0,5mm/min (quasi-statique) à 1,6 m/s. Chaque type de symbole correspond à une série d'ouvertures de la même éprouvette à une vitesse $\dot{\delta}$ donnée.

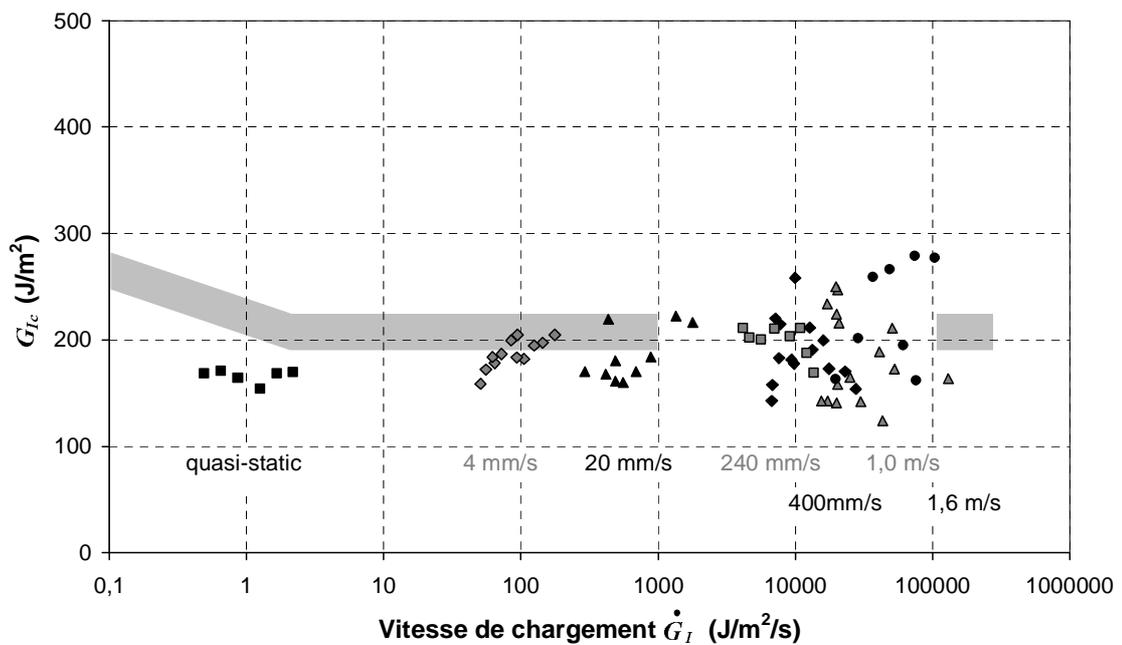


Figure 3.37 : Taux de restitution d'énergie G_{Ic} en fonction de la vitesse de chargement \dot{G}_I .

Tout d'abord, on constate une augmentation forte de la dispersion des valeurs de G_{Ic} pour les vitesses de chargement supérieures à 1000 J/m²/s. Or, les valeurs de G_{Ic} obtenues semblent être dispersées autour d'une moyenne constante d'environ 190 J/m² et suggèrent donc l'insensibilité de la résistance interlaminaire à la vitesse de chargement dans la gamme entre 0,5 et 100000 J/m²/s. Kusaka et al. [Kus98] ont analysé un stratifié carbone/époxy (TORAY T300/2500) composé des mêmes fibres renforçant une matrice époxy différente mais également fragile. Afin de pouvoir couvrir une large gamme de vitesses d'ouverture, Kusaka a utilisé deux techniques différentes : des essais DCB effectués à plusieurs vitesses lentes entre 0,01mm/min et 50mm/min (0,0083m/s) et des essais WIF (wedge-insert fracture) à des vitesses élevées allant de 5 à 20 m/s. Pour comparaison, ses résultats sont représentés dans la **Figure 3.37** par des bandes grises. Abstraction faite d'une augmentation de G_{Ic} pour des vitesses très lentes conduisant à une propagation instable avec des arrêts réguliers de la fissure (stick-slip), Kusaka a conclu que G_{Ic} est indépendant de la vitesse sur les cinq décades entre 2 et 300000 J/m²/s. Les vitesses balayées dans notre étude se situent entre les faibles vitesses (DCB) et les vitesses élevées (WIF) de Kusaka et viennent donc compléter ses travaux. L'insensibilité à la vitesse des valeurs G_{Ic} obtenues semble confirmer le résultat de Kusaka. Néanmoins, la constance de G_{Ic} observée pourrait également relever d'un plateau plus large que la gamme de vitesses balayées. Plusieurs auteurs ont suggéré une évolution de G_{Ic} avec la vitesse de chargement sous forme de plateaux. [Smi87, Kus98, Cho00]

L'insensibilité du taux de restitution d'énergie critique à la vitesse de chargement pourrait également s'expliquer par la vitesse de propagation de la fissure. L'existence d'une propagation « stable » comme elle est postulée dans le cas d'un chargement quasi-statique est donc loin d'être certaine. Selon une autre hypothèse, l'amorçage et la propagation d'une fissure dans un matériau sous chargement mécanique se produisent à une vitesse propre au matériau (comparable à la vitesse de propagation du son au sein du matériau). Dans ce cas, la vitesse de propagation de fissure da/dt serait constante quelle que soit la vitesse d'ouverture imposée aux extrémités des bras. Ceci saurait expliquer le fait que cette dernière n'aie pas d'influence significative sur G_{Ic} . Dans l'avenir, un système de mesure permettant de relever la longueur de délaminage au cours de l'essai (surtout : en phase de propagation) devrait éclairer la pertinence de cette hypothèse. Deux techniques de mesures sont en concurrence : une technique par des jauges de fissuration (jauges résistives comparables aux jauges extensométriques) et une technique par caméra ultrarapide liée à un traitement d'images.

3.6.3 Etude microscopique du faciès de délaminage

Nous avons analysé le faciès de délaminage d'une éprouvette DCB en stratifié UD T300/914 sollicitée à une vitesse d'ouverture de 0,24 m/s. Nous avons pu constater qu'en général, le faciès de ce matériau est d'une couleur gris foncé. Il fait apparaître des stries noires signifiant les positions d'arrêt du front de la fissure à la fin de chaque chargement d'ouverture. A l'œil, on ne voit guère d'irrégularités au niveau des fibres (**Figure 3.38**, photo de gauche).

Sous microscope électronique à balayage (MEB), on observe pourtant un certain nombre de fibres rompues ce qui prouve la création de pontages des fibres pendant l'essai (**Figure 3.38**, photo de droite). Selon la norme ISO 15024, des délaminages se propageant entre des plis unidirectionnels orientés à zéro degré provoquent un pontage des fibres intervenant après amorçage. Dans ce cas, la fissure ne reste pas entièrement confinée au plan initial et la propagation devient partiellement intralaminare. Ce phénomène implique le déchaussement et la rupture de fibres et entraîne, en général, une augmentation du taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} . D'après la norme, « le pontage des fibres est une conséquence de l'essai DCB et n'est pas représentatif du matériau composite testé » [ISO02]. Pour que l'essai DCB soit valable, il faut que le phénomène reste limité à des fibres singulières.

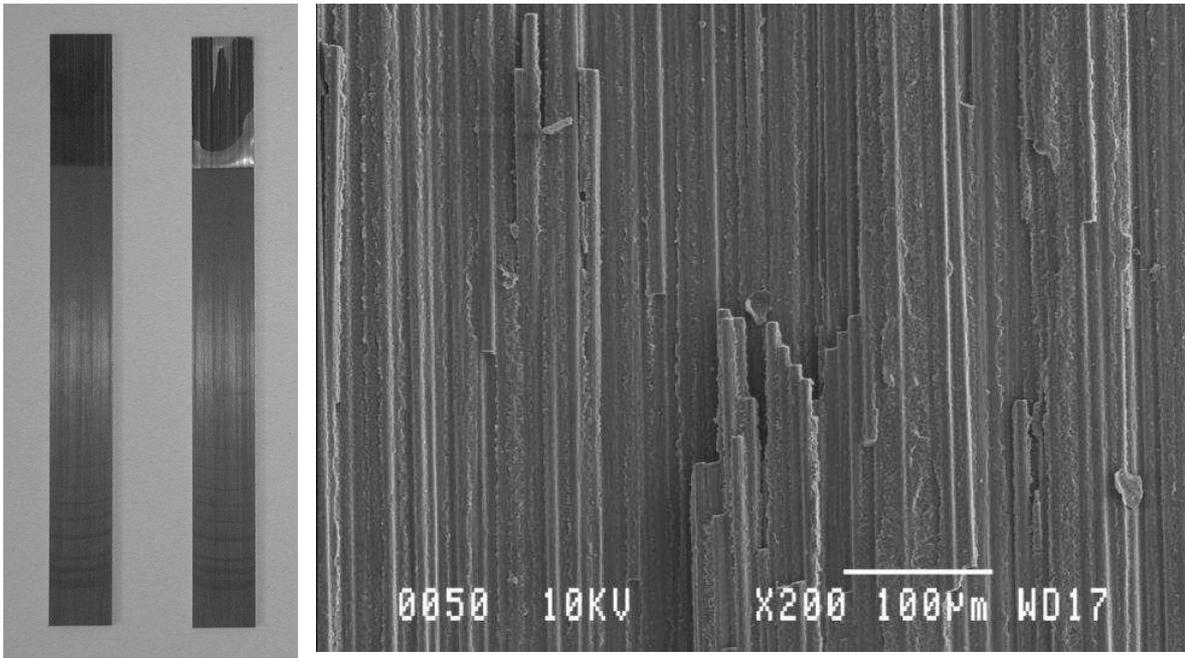


Figure 3.38 : Faciès de rupture d'une éprouvette DCB (T300/914 ; $\dot{\delta} = 0,24\text{m/s}$).

La même image à un grossissement plus important (**Figure 3.39**) montre que la propagation de la fissure provient principalement d'une rupture fragile de la matrice en proximité des fibres. Le déchaussement des fibres est dû à la même fissuration de la matrice et la rupture de l'interface fibre/matrice n'est pas nette. Comme dans le cas du stratifié tissé étudié auparavant, les fibres déchaussées restent couvertes d'une couche de matrice ce qui indique une bonne qualité de l'interface fibre/matrice. Sur cet aspect, le résultat obtenu confirme les observations microscopiques effectuées lors des deux études précédentes (chapitres 1 et 2 de ce manuscrit). On constate également la présence de petits pores (d'un diamètre inférieur à $1\mu\text{m}$) dans la matrice.

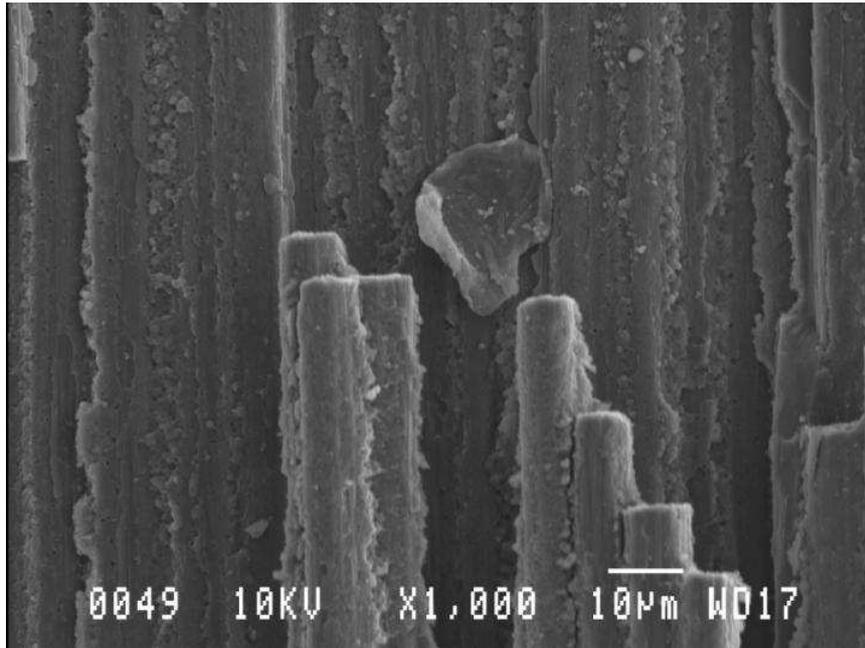


Figure 3.39 : Fibres déchaussées du faciès de l'éprouvette DCB (T300/914 ; $\dot{\delta} = 0,24\text{m/s}$).

3.6.4 Etude d'un matériau particulier disposant d'un défaut de réticulation

Un phénomène particulier a été observé sur une partie des éprouvettes (T300/914) utilisées lors des essais DCB à vitesse élevée : après l'amorçage du délaminage consistant en plusieurs ouvertures consécutives à la vitesse de l'essai, nous avons constaté l'apparition d'un nombre inhabituellement grand de pontages des fibres. Les pontages ont été accompagnés d'une trajectoire déviée de la fissure observée sur les tranches de l'éprouvette. En même temps, nous avons constaté que les mesures de la longueur de fissure sur les deux tranches de l'éprouvette faisait apparaître une différence supérieure à 2mm. A juger à partir du bruit typique accompagnant la propagation de la fissure, celle-ci s'est effectuée en plusieurs étapes entraînant un décalage temporel par rapport au mouvement d'ouverture.

Nous rappelons que les éprouvettes utilisées ont été prélevées toutes dans la même plaque. Les éprouvettes concernées par le phénomène de pontage portaient les numéros d'ordre 6 à 10 et 16 à 20 et provenaient donc toutes de la même moitié de la plaque (cf. **Figure 3.2**). Les données expérimentales correspondantes ont été traitées séparément et seront comparées aux résultats précédents par la suite du paragraphe.

Le graphique force-ouverture (**Figure 3.40**) montre que le début du phénomène est caractérisé par une montée de l'effort critique P_c au cours des premières mises en charge de l'éprouvette. Cette augmentation n'a pas été observée lors des essais précédents (cf. **Figure 3.30**). Ici, la vitesse d'ouverture appliquée était de 1,2m/s. Sur le graphique, l'effet apparaît à partir de la troisième ouverture de l'éprouvette ce qui indique que les pontages des fibres ne se développent qu'après la phase d'amorçage de la fissure. La montée de l'effort critique correspond à une augmentation de la résistance interlaminaire due aux pontages. Lors de l'essai représenté ici, la rupture finale de l'éprouvette à l'issue de la dernière mise en charge n'a pas été enregistrée parce qu'elle est intervenue en phase de maintien d'ouverture après la fin de l'acquisition des mesures.

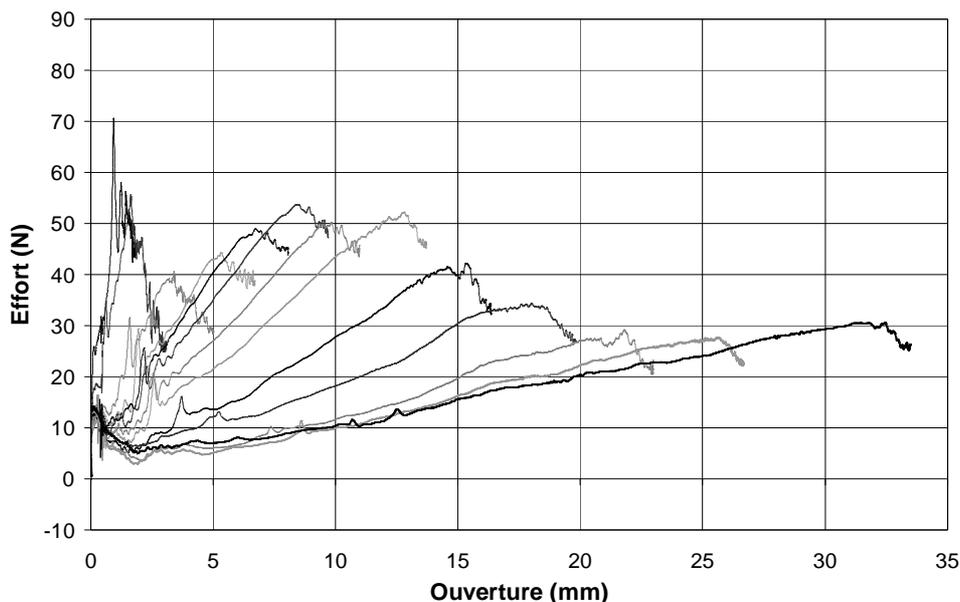


Figure 3.40 : Essai de délamination à $\dot{\delta} = 1,2 \text{ m/s}$ – propagation avec des pontages de fibres.

Une différence supplémentaire concerne l'aspect du faciès de délamination. Dans la **Figure 3.41**, le faciès d'une éprouvette disposant d'un nombre inhabituellement grand de pontages (moitié droite) est comparé à celui d'une éprouvette normale (moitié gauche). Contrairement au faciès gris foncé trouvé habituellement pour le stratifié étudié, le faciès obtenu ici dispose de zones blanches irrégulières. Chaque zone blanche sur une des deux surfaces correspond à une zone noire sur la surface opposée. Les zones blanches semblent ne pas se développer à l'amorçage de la fissure mais au bout des deux ou trois premières mises en charge. Elles ne sont uniformes ni sur la longueur ni sur la largeur de l'éprouvette. Le fait que le phénomène ne se développe qu'après l'amorçage du délamination explique l'augmentation de l'effort critique à partir du troisième chargement consécutif. L'irrégularité du phénomène explique l'avancement irrégulier de la fissure (la différence en longueur mesurée sur les deux tranches).

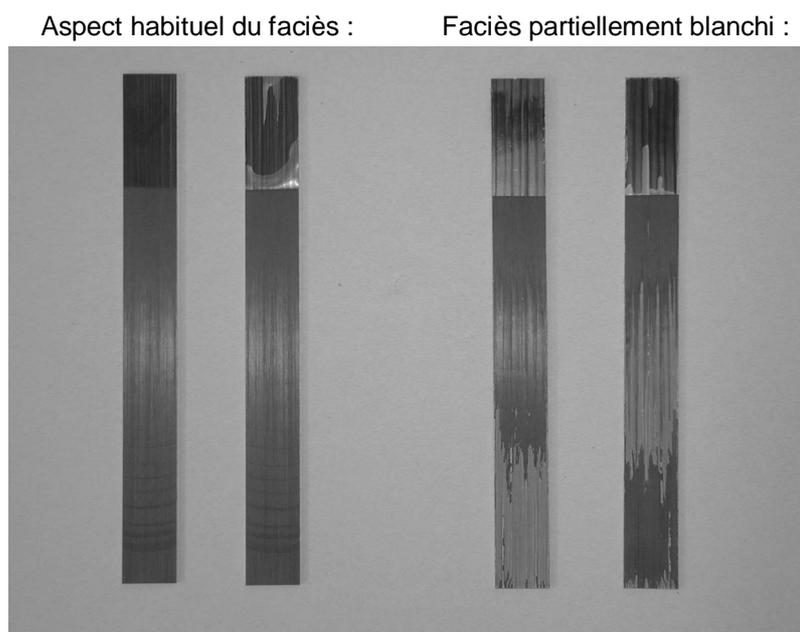


Figure 3.41 : Comparaison des deux faciès de rupture (T300/914, différentes éprouvettes).

L'analyse du faciès partiellement blanchi sous MEB a confirmé la grande différence entre les deux zones. Les zones noires sont bien comparables au faciès des éprouvettes « normales » décrites au paragraphe 3.6.3. Comme pour ces dernières, nous avons constaté une porosité de la matrice à l'échelle du μm , un nombre limité de fibres rompues et une rupture fragile de la matrice en proximité des fibres (**Figure 3.42**). Par contre, dans les zones blanches, la matrice ne dispose d'aucune fissure, mais semble avoir été déformée plastiquement par le chargement appliqué. En plus, nous avons constaté des mouvements des bouts de matrice surélevés par rapport au plan des fibres sous l'impact du faisceau d'électrons du MEB. Nous pouvons donc conclure que, dans ces zones, la matrice ne dispose pas de la même raideur (et du même comportement fragile) que dans les zones noires. La transition entre les zones noires (fragiles) et les zones blanches (ductiles) est abrupte. Il est probable qu'une réticulation insuffisante de la matrice due à un défaut d'élaboration du matériau est à l'origine de ce phénomène. A juger à partir des images disponibles, la frontière entre les zones représente un changement du plan de fissuration.

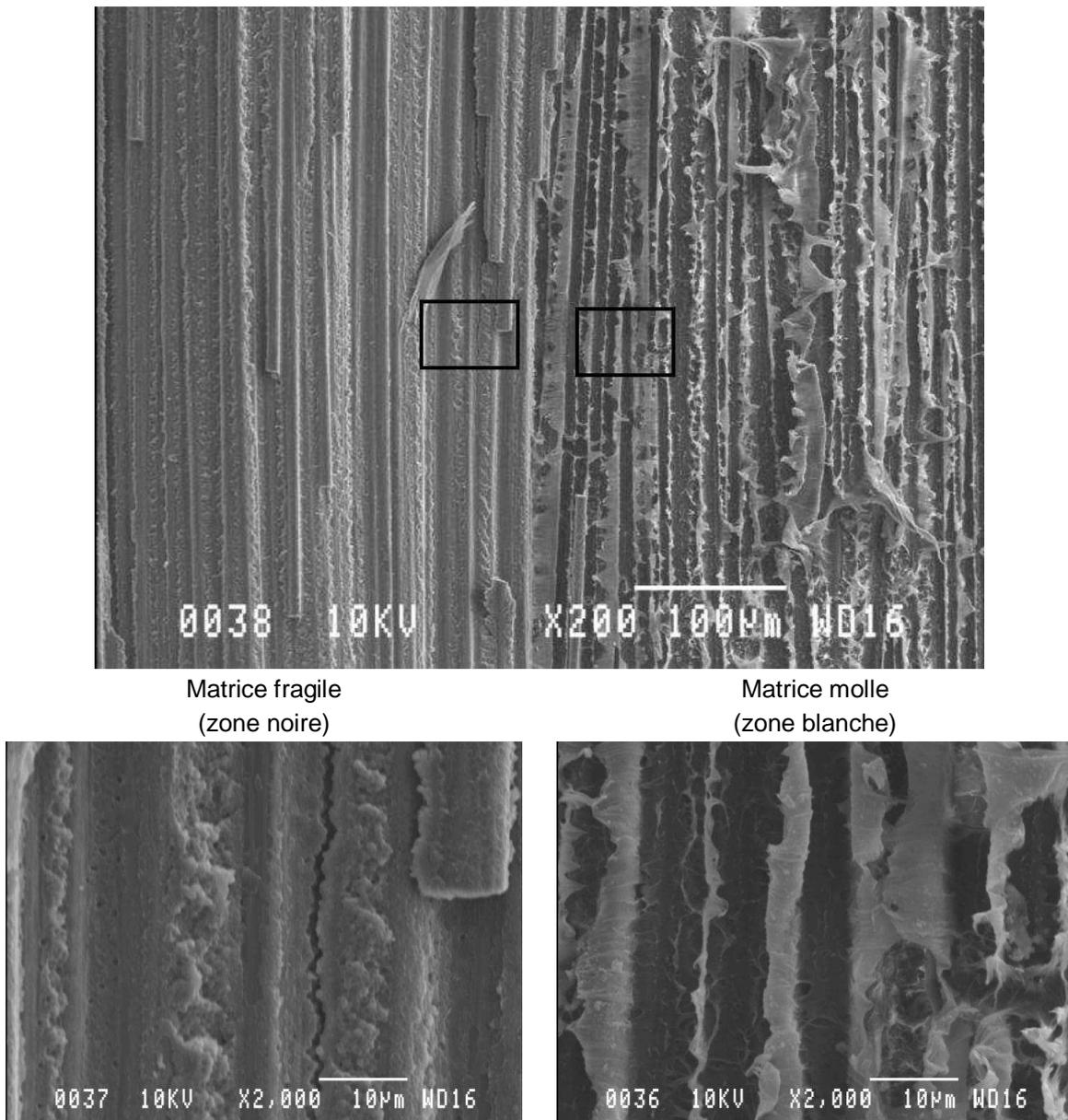


Figure 3.42 : Analyse sous MEB du faciès irrégulier d'une partie des éprouvettes DCB utilisées (UD carbone/époxy T300/914).

Toutefois, le phénomène observé est irrégulier et ne peut guère conduire à des résultats reproductibles en termes de valeur G_{Ic} . D'abord, le nombre et la répartition des pontages de fibres s'opposant à la propagation de la fissure sont très variables d'une éprouvette à l'autre. De plus, l'ampleur du phénomène évolue au cours de la propagation du délaminage dans la même éprouvette. La forte dispersion des valeurs G_{Ic} obtenues pour les éprouvettes concernées reflète la forte variabilité du phénomène. Par rapport aux valeurs trouvées pour des éprouvettes disposant d'une matrice fragile, les valeurs obtenues ici sont pourtant clairement élevées. Dans la **Figure 3.43**, ces valeurs (symboles pleins) sont comparées aux résultats obtenus auparavant (cf. **Figure 3.37**) représentés par des symboles creux. Un comportement visqueux de la matrice sous-réticulée saurait certainement expliquer la ténacité plus élevée du matériau s'exprimant par un taux de restitution d'énergie critique plus élevé. Par rapport à l'influence importante du comportement (fragile ou ductile) de la matrice, l'influence de la vitesse de chargement sur G_{Ic} semble être effectivement négligeable.

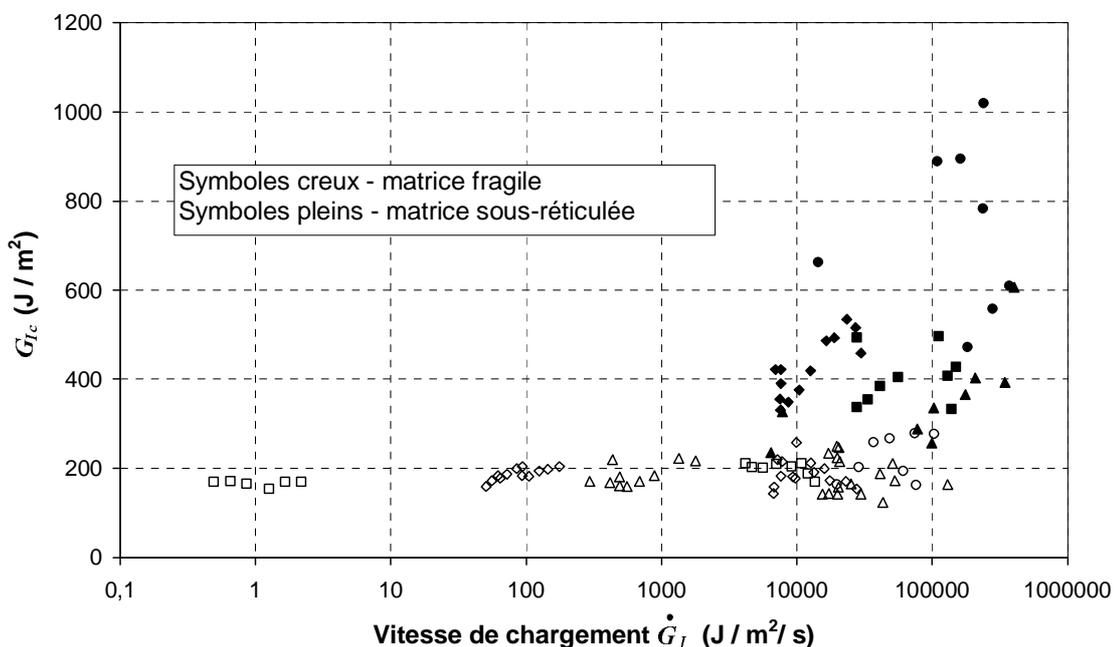


Figure 3.43 : Taux de restitution d'énergie G_{Ic} en fonction de la vitesse de chargement \dot{G}_I .
Influence du comportement de la matrice sur la ténacité à rupture.

Nous pouvons donc conclure que, grâce au phénomène observé, G_{Ic} peut atteindre des valeurs d'un facteur cinq supérieures à la moyenne obtenue normalement. Ceci est dû en partie au comportement visqueux de la matrice mal réticulée et pour l'autre partie aux nombreux pontages de fibres observés. Cette observation souligne une nouvelle fois l'intérêt de l'approche pluridisciplinaire se trouvant à la base de l'ensemble de ce travail. Etant donné que la réticulation insuffisante d'une partie de la matrice modifie considérablement les propriétés observées, l'observation faite montre l'influence importante du procédé d'élaboration sur le comportement mécanique du stratifié.

3.7 Conclusions et perspectives de l'étude de délaminage en mode I

Afin d'optimiser la capacité d'un stratifié multicouche carbone/kevlar/époxy à absorber l'énergie d'un crash, une étude d'endommagement sous sollicitation à vitesse élevée a été engagée. Dans le contexte de cette étude, les travaux se sont dirigés vers le phénomène de délaminage, qui est un mécanisme principal de l'endommagement des composites stratifiés.

Dans l'objectif de déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} à des vitesses de chargement représentatives d'un crash, un nouveau dispositif expérimental a été mis en œuvre en collaboration avec le Centre Commun de Recherche (CCR) d'EADS. Grâce à un mouvement d'ouverture symétrique par rapport au plan de la fissure, cette approche permet d'effectuer des essais DCB à des vitesses d'ouverture allant de 0,004 à 2 m/s en utilisant le même dispositif expérimental. L'approche a été validée par une première série d'essais sur le stratifié unidirectionnel carbone/époxy T300/914. Lors du traitement des données, l'énergie cinétique a été considérée dans le bilan d'énergie définissant G_{Ic} . Grâce à la symétrie du mouvement, sa contribution a été trouvée négligeable dans la gamme des vitesses balayées. Le calibrage de complaisance est donc applicable comme dans le cas d'un chargement quasi-statique. Dans la gamme des vitesses réalisées, le taux de restitution d'énergie critique du stratifié T300/914 s'est avéré être insensible à la vitesse de chargement. Ce résultat confirme les résultats de Kusaka obtenus pour un carbone/époxy comparable. De plus, notre étude est apte à compléter celle de Kusaka en termes de gamme de vitesses balayées.

Le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} est représentatif de la résistance interfaciale du stratifié à un chargement en mode I. Il permet de prévoir la rupture interlaminaire et d'estimer la quantité d'énergie absorbée. Cela fait de G_{Ic} une caractéristique de matériau essentielle à la modélisation de l'endommagement du stratifié. La connaissance de la sensibilité de cette propriété à la vitesse de chargement permet d'étendre la modélisation aux conditions de crash.

Pour mieux appréhender l'influence de la vitesse de sollicitation sur la propagation du délaminage, il est indispensable de considérer la vitesse de propagation de la fissure. En tant que vitesse propre du phénomène observé, elle peut fournir des informations précieuses sur la variation de la résistance interlaminaire du stratifié en fonction de la vitesse de chargement. Pour ce faire, les systèmes de mesure du dispositif seront à compléter par une mesure continue de la longueur de fissure. Cette démarche permettra de répondre à la question si la vitesse à laquelle le phénomène se produit est affectée par la vitesse du chargement extérieur.

Au niveau du dispositif expérimental, la gamme des vitesses balayées est actuellement limitée par des phénomènes dynamiques enclenchés par une forte perturbation de mise en vitesse au début du chargement. Dans le but d'augmenter la vitesse d'ouverture jusqu'à 20m/s, des éléments amortisseurs doivent être adaptés afin d'atteindre une stabilisation rapide des vibrations sans entraver la symétrie du chargement. Une vitesse d'ouverture supérieure à 3m/s fera pourtant augmenter la contribution de l'énergie cinétique dans le bilan d'énergie. Elle sera alors à prendre en compte lors du traitement des données.

Une étude approfondie du faciès de rupture permettra de comprendre les conditions physiques de l'amorçage et de la propagation du délaminage. Une analyse microscopique de la zone de chargement maximal en voisinage du front de fissure montrera si la propagation de ce dernier est précédée par un endommagement microscopique local au sein des plis adjacents. En analogie à la zone plastifiée connue des matériaux métalliques, l'existence d'une zone endommagée devant la pointe de fissure aurait des répercussions sur la stabilité de la propagation. La taille de cette zone et l'ampleur de l'endommagement risquent d'être dépendantes, elles aussi, de la vitesse de chargement.

Dans la démarche d'optimisation du stratifié hybride par simulation numérique, la résistance à la rupture des interfaces entre plis est une donnée aussi essentielle que les lois de comportement des sous-stratifiés. Grâce à la méthode expérimentale développée, il est désormais possible d'analyser la ténacité à rupture des différentes interfaces du stratifié hybride soumis à un chargement à vitesse élevée. La propriété G_{Ic} des interfaces est une donnée indispensable pour la simulation du comportement mécanique et du scénario d'endommagement du stratifié par les codes de calcul EF.

Pour atteindre une prise en compte complète du délaminage dans la simulation numérique, les modes de chargement II et III sont également à considérer. Un projet ayant pour but de déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_{IIc} des interfaces soumises à une sollicitation en mode II à vitesse élevée fait l'objet d'une collaboration déjà initiée entre le Laboratoire et le CCR d'EADS. L'étude du délaminage en mode II est susceptible de fournir davantage d'informations sur la formation de la fissure macroscopique dans le stratifié tissé G803/914 sous traction (cf. chapitre 2) : à partir du moment où deux plis adjacents disposent de fissures intralaminaires traversant l'épaisseur du pli respectif, l'interface entre les deux subit un chargement de cisaillement. L'amorçage et la propagation de la fissure se produisent donc sous les conditions du mode II.

Conclusion générale et perspectives

Le présent travail a été effectué dans le cadre d'un projet de recherche visant à augmenter la capacité d'un stratifié hybride à absorber l'énergie d'un choc mécanique. Ce matériau est un assemblage de plusieurs sous-stratifiés (carbone/époxy et kevlar/époxy). L'optimisation envisagée est fondée sur des simulations numériques d'un chargement à vitesse élevée allant jusqu'à la rupture du matériau. Pour donner des prévisions valables, les codes de calcul utilisés nécessitent des données fiables des propriétés mécaniques des différents stratifiés constituant le matériau hybride ; ceci non seulement à l'état initial du matériau pour un chargement statique, mais également à l'état endommagé et/ou pour des sollicitations à vitesse élevée.

Dans ce contexte, nous avons analysé le comportement d'un stratifié tissé carbone/époxy qui représente un des sous-stratifiés du matériau hybride. Nous avons abordé trois facteurs ayant une influence sur le comportement du stratifié : le procédé d'élaboration, les conditions de chargement et l'état d'endommagement. Dans une approche pluridisciplinaire, nous avons cherché à créer un lien entre les paramètres du procédé d'élaboration, la microstructure et les propriétés mécaniques du stratifié élaboré. Cette approche a motivé trois études menées en parallèle, l'une portant sur le procédé d'élaboration et les deux autres sur la réponse du matériau à différents modes de sollicitation mécanique à vitesse élevée.

L'étude du procédé d'élaboration a montré la faisabilité du chauffage par électrothermie diélectrique d'un matériau absorbant fortement les microondes. Elle a mis en évidence l'impact des paramètres température et pression sur la qualité du stratifié élaboré. Des solutions ont été proposées pour les problèmes existants qui, à l'heure actuelle, limitent la compatibilité du procédé proposé avec les exigences d'une application industrielle. Néanmoins, l'étude a montré le potentiel du chauffage par microondes à réduire la durée du procédé et donc à faire diminuer le prix élevé de ce type de matériau. Les essais de traction sous microscope électronique à balayage ont permis d'identifier les phénomènes d'endommagement intervenant lors d'un chargement mécanique du stratifié. Ces phénomènes permettent en même temps l'absorption d'énergie.

L'étude du matériau en traction à grande vitesse a éclairé l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique du stratifié et sur le développement de l'endommagement. L'endommagement observé a pu être quantifié en utilisant deux paramètres, l'un décrivant le phénomène macroscopique (l'évolution des propriétés mécaniques) et l'autre le phénomène microscopique (la dégradation de la microstructure). Le comportement du stratifié vierge a été trouvé peu sensible à la vitesse de déformation. Lorsque le chargement intervient à vitesse élevée, l'endommagement arrive avec un retard par rapport au cas d'une sollicitation statique. Toutefois en dynamique, malgré un seuil plus élevé, l'endommagement se développe plus rapidement et montre une forte tendance à se localiser. La vitesse s'est donc avérée avoir une influence considérable sur le comportement du matériau à l'état endommagé : elle conduit notamment à une contrainte maximale plus élevée et à une déformation à rupture plus faible.

L'apport principal de l'étude du délaminage en mode I est la mise en place d'une technique expérimentale permettant de déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_{Ic} d'un composite stratifié en fonction de la vitesse de chargement. Le dispositif expérimental mis en place a été validé par une série d'essais sur un stratifié UD carbone/époxy. Dans la démarche d'optimisation du stratifié hybride, la propriété G_{Ic} des sous-stratifiés est une donnée indispensable pour la simulation du comportement mécanique et du scénario d'endommagement du stratifié multicouche. La méthode permet également de caractériser les interfaces hybrides (carbone/kevlar) du matériau.

Un défaut de fabrication, avec réticulation insuffisante de la matrice, détecté sur une partie des éprouvettes DCB utilisées, et son influence considérable sur la valeur de G_{Ic} déterminée, ont souligné une nouvelle fois l'importance du procédé d'élaboration pour les propriétés mécaniques du matériau. Cette observation confirme donc la pertinence de l'approche pluridisciplinaire à l'origine du présent projet. Toutefois, compte tenu de l'étendue de l'approche, la couverture des nombreux aspects abordés ne peut guère être exhaustive. Les études effectuées se limitent à montrer la faisabilité des approches utilisées par la mise en place et la validation des moyens expérimentaux nécessaires à la réalisation des travaux. C'est pour cela que le présent travail entend être une base pour des travaux futurs plutôt qu'une étude définitive achevée.

Nous avons constaté que le potentiel principal du chauffage par électrothermie diélectrique consiste à réduire la durée du procédé d'élaboration. Le procédé proposé doit pourtant être optimisé pour fournir un stratifié de même qualité que le procédé classique. L'option du procédé « complet » (préchauffage par microondes, chauffage d'appoint par air chaud) s'impose puisqu'elle promet une combinaison avantageuse des propriétés des deux approches. Une analyse mécanique des matériaux élaborés en plusieurs modes de sollicitation fournira de plus amples informations concernant l'influence des paramètres du procédé sur le comportement mécanique. Tandis que les essais de traction in-situ effectués sur le stratifié élaboré ont donné des indications sur la qualité des interfaces fibre/matrice, une analyse des matériaux élaborés par des essais de délaminage en mode I permettra d'examiner la qualité des interfaces entre les plis.

Grâce au comptage des fissures effectué lors de l'analyse d'endommagement, nous disposons des données expérimentales permettant la modélisation du comportement mécanique à l'état endommagé. Pour ce faire, les fissures sont à introduire comme hétérogénéités dans un modèle micromécanique de type Eshelby en tenant compte de leur géométrie, leur orientation et leur fraction volumique. L'homogénéisation effectuée fournira le tenseur de raideur complet du stratifié à l'état endommagé. Les prévisions du modèle seront validées en les comparant à l'évolution des propriétés mécaniques déterminées expérimentalement. La comparaison des prévisions du modèle aux résultats expérimentaux permettra de répondre à la question si l'évolution observée des propriétés mécaniques est entièrement due à l'endommagement ou si d'autres phénomènes interviennent en parallèle (un comportement viscoélastique de la matrice, par exemple). Grâce à une prévision fiable de l'endommagement, la modélisation permettra de trouver une loi de comportement 3D élasto-visco-endommageable qui servira pour les calculs de simulation du stratifié hybride.

Lors d'un chargement réel du stratifié multicouche, le délaminage des plis se fait très probablement en mode mixte (une combinaison entre les modes I, II et III). Pour une modélisation complète du phénomène de délaminage dans la simulation numérique, les modes II et III sont donc également à prendre en compte. Un projet ayant pour but de déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_{IIc} des stratifiés sous chargement en mode II à vitesse élevée, fait l'objet d'une collaboration déjà initiée entre le Laboratoire et le CCR d'EADS.

En outre, quand le stratifié tissé carbone/époxy est sollicité en traction hors axe, l'amorçage et la propagation des fissures *interlaminaires* se produisent également dans les conditions du mode II (cf. chapitre 2) : à partir du moment où deux plis adjacents disposent de fissures *intralaminaires* traversant toute l'épaisseur des plis respectifs, l'interface entre les deux subit un chargement de cisaillement (**Figure 3.1**, par exemple). L'étude du délaminage en mode II est donc susceptible de fournir davantage d'informations sur la formation d'une fissure macroscopique dans le cas d'un chargement de traction hors axe (sous 45° par rapport au tissu de renfort).

Après avoir établi la démarche de caractérisation complète pour le stratifié tissé carbone/époxy, les autres sous-stratifiés du stratifié multicouche (UD carbone/époxy et tissu de kevlar/époxy) seront soumis à la même procédure. La connaissance des lois de comportement et des résistances de tous les stratifiés impliqués permettra une variation systématique des paramètres (séquence d'empilement, orientation des plis et des couches) et donc une optimisation efficace du stratifié hybride.

Références bibliographiques

ASTM D-5528 94a, 1994. "Standard Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites", *Norme américaine*, American Society for Testing and Materials.

Bai S.L., 1993. "Caractérisation mécanique d'un composite unidirectionnel fibres de verre E / matrice époxyde élaboré sous micro-ondes", *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale de Paris.

Bardonnat P., 1992. "Résines époxydes (EP) – Composants et propriétés", *Techniques de l'Ingénieur*, A 3465 - 1 à 16.

Berteaud A.J., 1980. "Les Micro-ondes", *Ed. CNRS, Groupe de Recherche Organisation Moléculaire et Macromoléculaire (GR35)*, Thiais.

Bourgeois N., 1994. "Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement d'un composite à matrice métallique Al/SiC_p", *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale de Paris.

Breban Ph., 1990. "Composites aluminium-fibres de carbone obtenus par filage", *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale de Paris.

Bronstein I.N., Semendjajew K.A., 1991. "Taschenbuch der Mathematik", 25e édition, *Ouvrage*, Teubner Verlag Stuttgart-Leipzig, Allemagne.

Calmels A., 1999. "Applicateur industriel à ondes progressives : des concepts à la maîtrise énergétique. Analyse en mode propre, simulation numérique", *Thèse de doctorat*, Université de Bourgogne, Dijon.

Choi N.S., 2000. "Effects of impact loading rate on the delamination behavior of composite laminates", *Key Engineering Materials*, Trans Tech Publications, Suisse, Vols. 183-187, pp.247-252.

Combes P.F., 1996. "Microondes", Tome 1, *Ouvrage*, Dunod, Paris, pp.243-255.

Combes P.F., 1997. "Microondes", Tome 2, *Ouvrage*, Dunod, Paris, pp.95-123.

De Coulon F., Jufer M., 1995. "Introduction à l'électrotechnique", *Traité d'électricité*, Vol. I, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, Suisse.

Delaët M., 1995. "Influences de vitesses de chargement et de la température sur l'endommagement et la résistance de composites croisés verre/époxyde", *Thèse de doctorat*, ENSAM de Bordeaux.

Deletombe E., Delsart D., Johnson A.F., Kohlgrüber D., 1998. "Composite Helicopter Structural Crashworthiness". *Comptes rendus de Structures and Materials SM07*, 24th European Rotorcraft Forum, Marseilles. D'après lecture dans [The01].

Delmotte M., Jullien H., Ollivon M., 1991. "Variations of the Dielectric Properties of Epoxy Resins During Microwave Curing", *Eur. Polym. J.*, 27, No. 4/5, pp.371-376.

Dubbel, 1995. "Taschenbuch für den Maschinenbau", 18^e édition, *Ouvrage*, Springer-Verlag Berlin, Allemagne.

EN ISO 14129, 1998. "Composites plastiques renforcés de fibres – Détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à $\pm 45^\circ$ ", *Norme européenne*. Norme française AFNOR ISO 14129:1997(F).

Gardiol F.E., 1984. "Introduction to Microwaves", *Ouvrage*, Artech House, Dedham MA, USA.

HEXCEL, 1997. "914, 175°C curing epoxy matrix, Product Data", *Fiche technique*, Documentation Commerciale, HEXCEL Composites, Publication FTA053.

HEXCEL, 1998. "Vicotex 914/42%/G803 - 120cm", *Fiche technique*, Documentation Commerciale, HEXCEL Composites.

HEXCEL, 1999. "Vicotex NCHR 914/34%/132/T300 – 300mm", *Fiche technique*, Documentation Commerciale, HEXCEL Composites.

Hochard C., Charles J.-P., 2000. "Endommagement de composites stratifiés carbone/époxy constitués de plis tissés", *Comptes rendus des JNC12*, AMAC, pp.745-754.

Hord W.E., 1966. *Thèse de doctorat (PhD)*, University of Missouri, Rolla, Missouri, USA. D'après lecture dans [Out95].

ISO 15024, 2002. "Détermination de la ténacité à la rupture interlaminaire en mode I, G_{Ic} , de matériaux composites à matrice polymère renforcés de fibres unidirectionnelles", *Norme AFNOR*, T57-404.

Jao Jules E., 2001. "Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique", *Thèse de doctorat*, ENSAM de Paris.

Joannic R., Chartier B., 2000. "A Device for Utilising the DCB Test Geometry at Intermediate Opening Velocities", *J. Phys. IV France*, 10, pp.249-254.

Kusaka T., Hojo M., Mai Y.-W., Kurokawa T., Nojima T. & Ochiai S., 1998. "Rate Dependence of Mode I Fracture Behaviour in Carbon-Fibre/Epoxy Composite Laminates", *Composites Science and Technology*, 58, pp.591-602.

Ladevèze P., Le Dantec E., 1992. "Damage modelling of the elementary ply for laminated composites", *Composites Science and Technology*, 43, pp.257-267.

LeGrand M., Bellenger V., 1998. "The Cure Optimisation of Carbon/Epoxy Prepregs", *Composite Science and Technology*, 58, pp.639-644.

Lemaître J., Chaboche J.-L., 1985. "Mécanique des Matériaux Solides", *Ouvrage*, Edition Dunod, Paris.

- Lohr C., 2004. "Modélisation et optimisation d'un applicateur cylindrique à ondes progressives fortement dissipatif", *Thèse de doctorat*, Université de Bourgogne, Dijon.
- Luyckx J., 1994. "Matériaux inorganiques – Fibres de carbone", *Techniques de l'ingénieur*, A 2210, pp.1-16.
- Metaxas A.C., Meredith R.J., 1983. "Industrial Microwave Heating", *Ouvrage*, IEE Power Engineering Series Vol. 4, Peter Peregrinus, London, UK.
- Miannay D.P., 1995 – "Mécanique de la rupture", *Ouvrage*, Les éditions de physique, Les Ulis, pp.25-34.
- de Morais A.B., de Moura M.F., Marques A.T., de Castro P.T., 2002. "Mode I Interlaminar Fracture of Carbon/Epoxy Cross-ply Composites", *Composites Science et Technology*, 62, pp.679-686.
- Ollivon M., Quinquenet S., Seras M., Delmotte M. et Moré C., 1988. "Microwave dielectric measurements during thermal analysis", *Thermochemica Acta*, 125, pp.141-153.
- Outifa L., Jullien H., Moré C. et Delmotte M., 1995. "Buildup and Optimization of a Homogeneous Microwave Curing Process for Epoxy-Glass Composites", *Ind. Eng. Chem. Res.*, 34, pp.688-698.
- Outifa L., Delmotte M. et Jullien H., 1997. "Dielectric and Geometric Dependence of Electric Field and Power Distribution in a Waveguide Heterogeneously Filled with Lossy Dielectrics", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 45, No. 8.
- Pardo S., 2001. "Tenue d'assemblages de composites sous sollicitations dynamiques", *Thèse de doctorat*, ENSAM de Paris.
- Pardo S., Baptiste D., Décobert F., Fitoussi J., Joannic R., 2002. "Tensile Dynamic Behaviour of a Quasi-Unidirectional E-glass/Polyester Composite", *Composites Science and Technology*, 62, pp.579-584.
- Le Pen E., Baptiste D., Hug G., 2002. "Multi-scale fatigue behaviour modelling of Al-Al₂O₃ short fibre composites", *International Journal of Fatigue*, 24, pp.205-214.
- Pinto-Gateau N., 1995. "Des équations de Maxwell aux conditions de résonance", *Mémoire annexe de la thèse de doctorat intitulée "Chauffage microondes et Résonance dimensionnelle. Des concepts aux applications en géométrie cylindrique."*, Université de Bourgogne, Dijon.
- Smiley A. J., Pipes R. B., 1987. "Rate Effects on Mode I Interlaminar Fracture Toughness in Composite Materials", *Journal of Composite Materials*, 21, pp.670-687.
- SOFICAR, 2003. "TORAYCA - fibres de carbone T300 / FT300", *Fiche technique*, Documentation Commerciale SOFICAR n°AQ.866 - 1.
- Sohn M.-S., Hu X.-Z., 1995. "Comparative Study of Dynamic and Static Delamination Behaviour of Carbon Fibre/Epoxy Composite Laminates", *Composites*, 26, pp.849-858.

Surcin L., Lachaud F., Piquet R., Nemes O., 2003. "Procédés de mise en œuvre et délaminage des stratifiés en carbone/époxyde", *Comptes rendus des JNC13*, AMAC, pp.161-170.

Thévenet P., 2001. "PEA Survivabilité Crash Tigre, Lot N°2 : Etude des critères de rupture applicables sur composites en dynamique rapide", *Rapport d'avancement à 6 mois*, Centre Commun de Recherche d'EADS, Suresnes.

Trabelsi Y., 2000. "Conception d'un autoclave-applicateur pour la maîtrise, par électrothermie microonde, des incréments de température en milieux aqueux sous haute pression", *Thèse de doctorat*, ENSAM de Paris.

Zegloul A., 2003. "Concepts fondamentaux de la mécanique de la rupture", *Polycopier*, Cours du DEA Mécanique-Matériaux-Structures-Procédés, Université de Metz, pp.18-41.