



HAL
open science

Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre

Bardia Esmaeillou

► **To cite this version:**

Bardia Esmaeillou. Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2011. Français. NNT : 2010ENAM0019 . pastel-00603374

HAL Id: pastel-00603374

<https://pastel.hal.science/pastel-00603374>

Submitted on 24 Jun 2011

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.

École doctorale n°432 : Science des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique et Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Bardia ESMAEILLOU

14 Juin 2011

Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre

Directeur de thèse : **Abbas TCHARKHTCHI**

Co-encadrement de la thèse : **Véronique BELLENGER**

Jury

M. Jacques RENARD	Professeur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech-Paris	Président
M. Jean-François GERARD	Professeur, IMP, INSA -Lyon	Rapporteur
Mme Noëlle BILLON	Professeur, CEMEF, Mine ParisTech- Sophia Antipolis	Rapporteur
M. Fabien NONY	Docteur, CEA Le Ripault- Monts	Examineur
M. Gilles ROBERT	Docteur, Rhodia- Lyon	Examineur
M. Abbas TCHARKHTCHI	Professeur, PIMM, Arts et Métiers ParisTech -Paris	Directeur
Mme Véronique BELLENGER	Maître de conférences (HdR), PIMM, Arts et Métiers ParisTech- Paris	Co-Directeur

*A mes parents,
Simin et Amir*

Remerciements

Mes remerciements s'adressent dans un premier temps à l'ensemble des membres du jury qui ont accepté de juger ce travail de thèse. Tout d'abord, je tiens à remercier Monsieur Jacques RENARD, Professeur à l'école des Mines ParisTech, d'avoir accepté de présider ce jury. Je remercie également Madame Noëlle BILLON, Professeur à l'école des Mines ParisTech et Monsieur Jean-François GERARD, Professeur à l'INSA de Lyon pour le travail qu'ils ont réalisé en tant que rapporteurs. Je remercie Monsieur Gilles ROBERT, Docteur-ingénieur chez Rhodia Lyon pour m'avoir fourni les matériaux, suivi tout au long de ce travail et avoir participé à ce jury. Merci également à Monsieur Fabien NONY, Docteur-ingénieur au CEA le Ripault- Monts pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Merci au directeur du laboratoire, Monsieur Thierry BRETHERAU, de m'avoir accueilli au laboratoire Procédé et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM).

J'exprime ma grande reconnaissance et mes sincères remerciements à mon Directeur de thèse, Monsieur Abbas TCHARKHTCHI, Professeur aux Arts et Métiers ParisTech ainsi que à mon co-directrice Madame Véronique BELLENGER, Maître de conférences aux Arts et Métiers ParisTech, pour leur disponibilité, leurs excellent encadrement et conseils avisés durant ce travail de thèse.

J'aimerais tout particulièrement remercier Monsieur Joseph FITOUSSI, Maître de conférences aux Arts et Métiers ParisTech, pour son aide très appréciable dans la réalisation des essais mécaniques.

Je voudrais remercier Madame Sedigheh FARZANEH et Messieurs : Bruno FAYOLLE, Michel BOCQUET et Frédéric VALES, les enseignants chercheurs du PIMM qui m'ont aidé dans les différentes étapes de ce travail.

Je n'oublie certainement pas non plus mes collègues doctorants et docteurs avec qui j'ai partagé les bons moments et qui ont contribué à l'instauration d'une joyeuse et pas forcément moins productive atmosphère de recherche: Nirina RASOLDIER, Anne-Lise DURIE, Monir ASGARPOUR, Eskandar MOUNIF, Salah SARRABI, Jonathan TIREAU, Fidèle NIZEYIMANA, Ines MKACHER, Giovanna GUTIERREZ, Nhung TUYET, Camilo CRUZ, Anh Tuan TRAN, Sophie VERSAUD, Amin SHABANI, Maéva SERROR, Julie BERTHO, Chaker EL MAZRY, Nada BOU MALHAB, Mathieu ARESSY.

Merci à mon ami Kashif SAEED pour tout son aide dans la partie Modélisation.

Je tiens à remercier Amran LOUNES pour ses conseils et son aide dans la partie simulation.

Je remercie mes collègues de bureau Marina QUERAT et Sylvain RIVIERE pour leur aide et les moments partagés.

J'aimerais remercier d'autres personnes qui font partie du PIMM: Gemma TRIVAL, Odile ANGELE, Gaëlle MINARD, Paulo FERREIRA, Alain GAUDY, Michaël BARBIN, Albert LUCAS, Patrick RIBOT.

Merci à ma tante Danièle BLATMANN et mon oncle Mostafa MIRNEZAMI pour toutes vos gentilleses.

Je voudrais adresser un remerciement à mes parents, Simin et Amir, je n'oublierai pas le soutien que vous m'avez apporté pendant toute ma vie.

Je finis cette longue liste en remerciant ma copine Nafisseh pour sa patience inaltérable et son soutien indéfectible.

Table des matières

Table des matières	i
Liste des figures	v
Liste des tableaux	xi
Chapitre 1	13
Introduction générale	13
Chapitre 2	17
2. Etude bibliographique	17
2.1. Matériaux composites	17
2.1.1. Fibres de verre	18
2.1.2. Matrice	18
2.1.2.1. Matrices thermodurcissables.....	19
2.1.2.2. Matrices thermoplastiques.....	19
2.2. Comportement du matériau en fatigue	20
2.3. Paramètres généraux qui influent sur la tenue en fatigue	22
2.4. Paramètres influant liés au matériau	23
2.4.1 Nature du polymère	23
2.4.2 Renforts	24
2.4.2.1. Nature des fibres	24
2.4.2.2. Taux des fibres.....	24
2.4.2.3. Longueur des fibres	24
2.4.2.4. Interface fibre et matrice.....	25
2.4.2.5. Ensimage	25
2.4.3 Conditions de mise en forme	26
2.4.3.1. Orientation des fibres.....	26
2.4.3.2. Concentration des fibres.....	28

2.4.4	Chargement	28
2.4.4.1.	Mode de sollicitation.....	28
2.4.4.2.	Amplitude de sollicitation.....	28
2.4.4.3.	Fréquence de sollicitation.....	29
i)	Phénomène de l'auto-échauffement.....	29
ii)	Thermodynamique de l'auto-échauffement.....	30
2.4.5	Environnement	32
2.4.5.1.	Température.....	32
2.4.5.2.	Humidité.....	32
2.5	Mécanisme d'endommagement.....	33
2.5.1.	Origine et amorçage des fissures (Fissures courtes)	34
2.5.2.	Propagation des fissures (fissures longues).....	37
2.5.3.	Rupture et micros mécanismes de rupture	41
2.5.3.1.	Théories Physiques	44
2.5.3.2.	Théories Mécanochimiques.....	44
2.5.3.3.	Fractographie.....	44
2.6.	Quelques modèles existants.....	45
2.7.	Méthodes pour mesurer l'endommagement.....	47
Chapitre 3	49
3.	Matériaux et méthodes expérimentales	49
3.1.	Matériaux d'étude préliminaire	49
3.2.	Matériaux d'étude	50
3.3.	Injection des éprouvettes.....	51
3.4.	Caractérisations physico-chimiques.....	52
3.4.1.	Mesure de densité.....	52
3.4.2.	Analyse thermique DSC (Differential Scanning Calorimetry)	52
3.4.3.	Pyrolyse.....	53
3.4.4.	Dilatométrie.....	54
3.4.5.	Calcul du volume libre	55
3.5.	Caractérisation de sorption.....	56
3.6.	Caractérisations mécaniques	57
3.6.1.	Essais statiques	57
3.6.1.1.	Flexion 3 points	58
3.6.1.2.	Traction.....	59

3.6.2.	Essais dynamiques, spectroscopie mécanique (DMTA)	59
3.7.	Essai de fatigue	62
3.7.1.	Flexion alternée	62
3.7.1.1.	Essais interrompus en flexion alternée	64
3.7.1.2.	Essai Poly séquentiel	66
3.7.1.3.	Observation des fissures en surface en flexion alternée	66
3.7.2.	Traction-Traction	68
3.8.	Microscopie.....	68
3.8.1.	Polissage.....	68
3.8.2.	Microscope optique.....	69
3.8.3.	Observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB).....	70
Chapitre 4	71
4.	Rôle de la microstructure.....	71
4.1.	Morphologie.....	71
4.1.1.	Polystyrène, polypropylène et Polycarbonate	71
4.1.2.	Polyamide 66	73
4.2.	Influence de la direction de la sollicitation par rapport à l'orientation des fibres de verre.....	75
4.2.1.	Polyamide 66/fibres de verre sollicité en flexion alternée	75
4.2.2.	Polyamide 66/fibres de verre sollicité en traction-traction	77
4.2.3.	Comparaison des comportements du composite en traction-traction et en flexion alternée.....	79
4.3.	Mécanisme d'endommagement.....	81
4.3.1.	Facies de rupture.....	81
4.3.2.	Amorçage de l'endommagement	84
4.3.2.1.	Essais de fatigue interrompus.....	85
4.3.2.2.	Essais de fatigue Discontinus	87
4.3.3.	Propagation des fissures.....	89
4.3.4.	Influence de la durée de l'interruption.....	90
4.3.5.	Discussion.....	94
4.3.5.1.	Dilatométrie.....	95
4.3.5.2.	D.M.A.	95
4.3.5.3.	Volume libre	96
Chapitre 5	101
5.	Autoéchauffement et effet de la fréquence	101
5.1.	Effet de la température sur le comportement mécanique instantané.....	101

5.1.1.	Flexion 3 points.....	101
5.1.2.	Traction uniaxiale monotone.....	102
5.2.	Effet de l'auto-échauffement	105
5.2.1.	Essais en flexion alternée	105
5.2.2.	Essais en traction-traction	107
5.3.	Effet de la fréquence lors des essais de fatigue en flexion alternée	109
5.3.1.	Choix des fréquences.....	109
5.3.2.	Essais de fatigue à diverses fréquences	109
5.3.3.	Tracé des courbes de Wöhler	113
	• Matrice pure (PA 66)	113
	• Composite (PA 66/FV).....	114
5.3.4.	Variation de σ_{\max} et du rapport σ_{\max}/ϵ_0 avec la fréquence	115
5.4.	Effet de la fréquence lors des essais de fatigue en traction-traction	116
5.4.1.	Tracé des courbes de Wöhler	116
5.4.2.	Variation de la température maximale et du nombre de cycles à rupture avec la fréquence	118
Chapitre 6	121	
6.	MODELISATION	121
6.1.	Test de flexion alternée.....	121
6.2.	Modèle pour la vitesse de formation des micro-défauts	121
6.3.	Courbe de Wöhler expérimentale et calculée.....	124
6.4.	Méthode numérique	125
6.5.	Optimisation	125
6.6.	Optimisation des essais discontinus.....	130
6.7.	Conclusions	132
Chapitre 7	133	
7.	Conclusions et Perspectives	133
Références bibliographiques.....	141	

Liste des figures

Figure 1 : Allure typique d'un comportement en flexion alternée.....	21
Figure 2 : Schéma illustrant l'influence des paramètres sur le comportement en fatigue.....	22
Figure 3 : Traitement des fibres par l'agent d'ensimage (organo-silan).....	26
Figure 4 : Les différentes orientations des fibres dans une plaque injectée.....	27
Figure 5 : Définition de l'angle θ dans une plaque injectée.....	27
Figure 6 : Courbe de Wöhler d'un polyamide 66 renforcé à 30 % de fibres de verre en flexion alternée	28
Figure 7 : Déformation plastique du polymère.....	35
Figure 8 : Tri-axialité de la contrainte.....	35
Figure 9 : Microcavitation.....	36
Figure 10 : Formation des fibrilles.....	36
Figure 11: Chargement de conformation de la structure moléculaire, conformation Trans, conformation Gauche.....	37
Figure 12 : Formation d'une bande de croissance discontinue (SKIBO et al.).....	38
Figure 13 : Courbe de Paris.....	39
Figure 14 : Polypropylène (PP).....	49
Figure 15 : Polycarbonate (PC).....	50
Figure 16 : Polystyrène (PS).....	50
Figure 17 : Polyamide 66 (PA 66).....	50
Figure 18 : Géométrie de l'éprouvette.....	51
Figure 19 : Un test de DSC pour une éprouvette non sollicitée.....	53
Figure 20 : Observation des diamètres et longueurs des fibres par microscope optique après la pyrolyse	54
Figure 21 : Courbe de dilatométrie.....	54
Figure 22 : Variation du volume spécifique v avec la température T	56
Figure 23 : Evolution de la masse en fonction du temps.....	57
Figure 24 : Courbe contrainte-déformation en flexion 3 points, 23 °C et 50 % HR.....	58
Figure 25 : Courbe de traction pour le polyamide 66 renforcé en fibres de verre.....	59
Figure 26 : Le montage de flexion trois points pour un essai DMTA.....	60
Figure 27 : Essai de spectroscopie mécanique avec flexion sur Polyamide 66/FV non sollicité.....	61
Figure 28 : Banc de flexion alternée.....	63
Figure 29 : Essai de fatigue avec une déformation appliquée de 0,013 et un nombre de cycle à rupture de 600 000 cycles.....	65

Figure 30 : Essai de fatigue avec une déformation appliquée de 0,017 et un nombre de cycles à rupture de 60 000 cycles.....	65
Figure 31 : Essai discontinu en fatigue.....	66
Figure 32: Zones d'observation de déformation maximale	67
Figure 33: Courbe de fatigue correspondant au même test par microscope optique, $\epsilon= 0,013$, 23°C, 50%HR.....	67
Figure 34 : Essai de Fatigue en traction-traction.....	68
Figure 35 : Surface non-polie d'une éprouvette juste avant la rupture.....	70
Figure 36 : Faciès de rupture d'un polyamide 66 renforcé aux fibres de verre après la traction.....	70
Figure 37 : Courbes de Wöhler de Polystyrène (PS), Polypropylène (PP) et Polycarbonate (PC) à 10 Hz et 23°C.....	72
Figure 38 : Déformation appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture à 10 Hz et 23°C	72
Figure 39 : Variation de la contrainte induite en flexion alternée en fonction du nombre de cycles à rupture pour le PA 66 à 10 Hz, 23 °C et 50 %HR	73
Figure 40 : Variation de la contrainte induite et de la température en fonction du nombre de cycles pour une déformation appliquée de 0,031	74
Figure 41 : Courbe de Wöhler du Polyamide 66 et contrainte induite en fonction du nombre de cycles à rupture à 10 Hz, 23°C, $\sigma_{\infty} = 35$ MPa, $\epsilon_{\infty} = 1.7\%$	74
Figure 42 : Evolution de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles en flexion alternée à 10 Hz, 23 °C et 50 %HR.....	75
Figure 43 : Courbe de Wöhler et la déformation appliquée en fonction de nombre de cycles à la rupture pour le PA 66 (FV) à 10 Hz, 23°C et 50% HR	76
Figure 44 : Trois différentes allures de la déformation induite en Traction-Traction en fonction du nombre de cycles à 10 Hz, 23 °C et 50 %HR	77
Figure 45 : Courbe de Wöhler en traction-traction pour le PA 66 (FV) à 10 Hz, 23 °C et 50% HR.....	78
Figure 46 : Courbes de Wöhler à 10 Hz, en traction-traction et flexion alternée.....	79
Figure 47 : Courbes de Wöhler à 20 Hz, en traction-traction et flexion alternée.....	79
Figure 48 : Température en fonction du nombre de cycles pour deux courbes de fatigue qui ont effectué en Traction-Traction et Flexion alternée à 20 Hz	80
Figure 49 : Température en fonction du nombre de cycles pour deux courbes de fatigue qui ont effectué en Traction-Traction et Flexion alternée à 10 Hz	81
Figure 50 : Deux types d'endommagements sur le faciès de rupture d'un polyamide 66/fibre de verre ; (a) $\epsilon_0= 0.034$, $\sigma=178$ MPa, $N=333$ cycles, (b) $\epsilon= 0.017$, $\sigma=103$ MPa, $N=2,56 \cdot 10^4$ cycles... 81	81
Figure 51 : Observation du faciès de rupture d'un PA 66, $\epsilon=0,034$, $\sigma= 70$ MPa, $N= 18,7 \cdot 10^4$ Cycles	82
Figure 52 : Eprouvettes sollicitées avec une déformation faible et qui n'ont pas cassé, matrice (a) et composite (b).....	82

Figure 53 : Faciès de rupture d'un échantillon sollicité en traction-traction à 10 Hz et $\sigma = 66$ MPa.....	83
Figure 54 : Zones observées sur les faciès de rupture de PA 66 (FV).....	84
Figure 55 : Influence de la température d'auto-échauffement sur l'épaisseur de la couche de matrice à 10 Hz, 23°C et 50%HR.....	84
Figure 56 : Essai de fatigue en flexion alternée avec une déformation appliquée de 0,013	85
Figure 57 : Variation de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles, essai en flexion alternée	87
Figure 58 : Observations microscopiques pour 30 000, 45 000 et 59615cycles pendant un essai discontinu, 10 Hz, $\epsilon_0 = 0.017$	88
Figure 59: Observations au MEB pour 30 000, 45 000 et 59615 cycles pendant un essai discontinu, 10 Hz, $\epsilon_0 = 0.017$	89
Figure 60 : Observations au MEB de la zone la plus sollicitée juste avant la rupture, N=62 000 cycles-89	
Figure 61 : Essai de fatigue discontinu à 10 Hz et $\epsilon = 0.017$. Arrêts à 30000 cycles, 45000 cycles et 60000cycles.....	90
Figure 62 : Variation du nombre de cycles à la rupture (N_r) en fonction du nombre de cycles avant arrêt et pour différents temps de repos, $\epsilon = 0.017$	91
Figure 63 : Variation du nombre de cycles à la rupture (N_r) en fonction du temps de repos	91
Figure 64 : Essai discontinu avec un arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 5 minutes à	92
Figure 65 : Essai discontinu avec un arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 20 minutes à	92
Figure 66 : Essai discontinu arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 25 minutes à	93
Figure 67 : Courbe de wohler avec les essais continus et discontinus.....	94
Figure 68 : Courbe pour détermination du rapport C2/C1	96
Figure 69 : Comparaison d'une courbe de fatigue de PA 66 (—) et son composite (- -) en flexion alternée, $\epsilon = 0,019$, 10 Hz, 23 °C et 50 % HR	98
Figure 70 : Comparaison de la température de la surface d'une courbe de PA 66 avec son composite,...	98
Figure 71 : Courbes contrainte-déformation à diverses températures en flexion trois points.....	101
Figure 72 : Essais de traction avec l'extensomètre pour le PA 66 et son composite	102
Figure 73 : Comportement de la matrice seule en fonction de la température de mesure	103
Figure 74 : Comportement du composite en fonction de la température de mesure	103
Figure 75 : Faciès de rupture du composite après essai de traction monotone, (a) température ambiante et (b) 90°C.....	104
Figure 76 : Zone autour des fibres (de diamètre D) dans le faciès de rupture d'un essai de traction monotone à 50 °C	104

Figure 77 : Variation de D/d en fonction de la température en traction monotone, D est la dimension « diamètre fibre+Zone autour » et d est le diamètre des fibres	105
Figure 78 : Essai de fatigue en flexion alternée à 10 Hz et une faible déformation appliquée, $\epsilon_0=0,013$.	106
Figure 79 : Spectre viscoélastique du matériau composite enregistré en flexion à 10 Hz.	107
Figure 80 : Courbe de fatigue en traction-traction à 10 Hz et $\sigma_0= 68\text{MPa}$	108
Figure 81 : Variation relative du module d'Young et de la température en fonction du nombre de cycles, $\sigma_0= 61\text{MPa}$, 20 Hz, 23°C et 50%HR.....	108
Figure 82 : Variation de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour les trois fréquences à une déformation appliquée $\epsilon_0= 0,017$, 23 °C et 50% HR	110
Figure 83 : Variation de la température de surface de l'éprouvette en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 2 Hz et 50%HR.	110
Figure 84 : Variation de la température de surface d'échantillon en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 10 Hz et 50%HR.....	111
Figure 85 : Variation de la température de surface de l'éprouvette en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 20 Hz et 50%HR	111
Figure 86 : Effet de la fréquence sur la température maximale aux différentes amplitudes de la déformation	112
Figure 87 : Température induite par l'auto-échauffement en flexion alternée pour les fréquences de 2Hz, 10Hz et 20 Hz, $\epsilon_0 = 0, 019$, 50%HR.....	113
Figure 88 : Courbe de Wöhler du Polyamide 66 à 10 et 20 Hz, 23°C, 50%HR, et $\sigma_\infty = 35 \text{ MPa}$	113
Figure 89 : Courbe de Wöhler, contrainte induite en fonction du nombre de cycles aux différentes fréquences, $\sigma_{\infty 2 \text{ Hz}} = 42 \text{ MPa}$, $\sigma_{\infty 10 \text{ Hz}} = 44 \text{ MPa}$, $\sigma_{\infty 20 \text{ Hz}} = 45 \text{ MPa}$	114
Figure 90 : La déformation en fonction du nombre de cycle aux différentes fréquences, $\epsilon_\infty = 0,008$	114
Figure 91 : Contrainte maximale induite en fonction de la déformation appliquée en fatigue,.....	115
Figure 92 : Comparaison des évolutions du rapport $\sigma_{\text{max}}/\epsilon_0$ en fonction du nombre de cycles à la rupture aux trois fréquences étudiées	116
Figure 93 : Comparaison des courbes de Wöhler en traction-traction aux fréquences de 10 Hz et 20 Hz	117
Figure 94 : Evaluation de la température à 20 Hz en traction-traction	118
Figure 95 : Variation de la fréquence (60 à 20 Hz) et de la température maximale en fonction du nombre de cycles	119
Figure 96 : Température induite par l'auto-échauffement à diverses fréquences, de 20 à 60 Hz,.....	119
Figure 97 : Flexion alternée, ϵ_0 (—) est la déformation maximale et ϵ^∞ (- - -) est limite d'endurance .	122
Figure 98 : Cas du Polystyrène	127
Figure 99 : Cas du Polyamide 66.....	127
Figure 100 : Polyamide 66/FV- 2 Hz	129

Figure 101 : Polyamide 66/FV- 10 Hz 129

Figure 102 : Polyamide 66/FV- 20 Hz 130

Figure 103 : Polyamide 66/FV- 10 Hz : Essais continus 131

Figure 104 : Polyamide 66/FV- 10 Hz, Essais discontinus..... 131

Liste des tableaux

Tableau 1 : Paramètres d'injection des polymères utilisés.....	51
Tableau 2 : Résultats de caractérisation pour les différents polymères	52
Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points	58
Tableau 4 : Caractéristiques mécaniques en traction.....	59
Tableau 5 : Module de perte et T_g du composite et du PA66.....	62
Tableau 6 : Procédure de polissage initiale.....	69
Tableau 7 : propriétés physico chimiques du PA66 non sollicité et sollicité à 300 000 cycles	85
Tableau 8: propriétés physico-chimiques et mécaniques du PA66/FV non sollicité et sollicité 300 000 et	86
Tableau 9: Module de perte et T_g du composite et du PA66 non sollicité et sollicité.....	86
Tableau 10 : Coefficients de dilatation volumique.....	95
Tableau 11 : Récapitulatif des résultats de DMA.....	95
Tableau 12 : Récapitulatif des résultats du calcul de volume libre.....	97
Tableau 13 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 et PS à 10 Hz	128
Tableau 14 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 /FV à 2, 10 et 20 Hz	130
Tableau 15 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 /FV à 10 Hz pour des essais continus et discontinus.....	132

Chapitre 1

Introduction générale

Le mot fatigue vient d'un mot latin *fatigare* qui signifie 'tiredness' en anglais. Ce terme est utilisé fréquemment en science de l'ingénierie pour montrer l'endommagement, la fissuration et la rupture des matériaux sous une sollicitation mécanique cyclique. Cette définition a été adoptée et affichée en 1964 par une Organisation Internationale de standardisation à Genève. Elle correspond aux matériaux métalliques et non-métalliques. La première étude en fatigue a été réalisée sur des matériaux métalliques en 1829 par W.A. J. Albert qui était un ingénieur des mines allemand. Cependant, ce domaine a commencé à se développer avec l'augmentation de l'usage des structures en fer particulièrement dans la fabrication des ponts et des chemins fer. Le premier vrai travail de recherche sur métal a commencé en 1842 à cause d'un accident de chemin de fer à coté de Versailles en France. Cet accident a causé 1500 à 1800 morts à l'époque [1].

Avec le développement des autres types des matériaux, ce domaine s'est élargi. On peut citer en particulier les matériaux composites à matrice polymère avec un succès industriel phénoménal.

Les raisons principales sont le prix et la réduction du poids [2,3,4]. Les propriétés mécaniques et particulièrement le module d'Young de certains matériaux composites est supérieur à ceux des matériaux métalliques classiques. La réduction de masse des matériaux composites est très avantageuse par rapport aux alliages ce qui explique que leur application est très développée

dans les domaines de l'aéronautique, l'aérospatiale, l'énergie, les transports, l'automobiles, etc [5]...

Aujourd'hui l'industrie est fortement demandeuse de données sur le comportement en fatigue des polymères et des matériaux composites, car les cas d'applications où ils subissent des sollicitations dynamiques sont très nombreux. Les pièces à base de polymère ou composite ont une durée de vie élevée grâce à leur bonne tenue en fatigue.

Au cours de ces dernières années, il y a eu un développement rapide dans les applications des matériaux composites, en particulier, les composites renforcés à matrice thermoplastique. Ce type de composite quand les renforts ne sont pas des fibres longues s'appelle polymère chargé. Les charges dans les polymères chargés peuvent être à l'échelle nanométrique (nanocomposites), à l'échelle de micrométrie mais également à l'échelle de millimètre (fibres courtes). Les charges selon leur nature, leur taille, leur géométrie et leur orientation, jouent un rôle essentiel au niveau des propriétés mécaniques, physiques, thermiques de ce type de matériau [6,7,8,9]. L'adhésion entre les charges et la matrice est un autre paramètre important. Pour renforcer cette interface, en générale, on utilise un agent de couplage (ensimage) qui est capable de créer des liaisons chimiques (covalentes) d'une part avec la matrice et d'autre part avec le renfort. Ce couplage peut modifier les propriétés mécaniques du composite de façon conséquente. Enfin il ne faut pas oublier le rôle majeur de la matrice.

Parmi les matériaux composites à matrice thermoplastique, le polyamide 66 renforcé à fibres de verre courtes, est utilisé fréquemment dans l'industrie automobile (le pare-choc d'automobile, les pièces sous capot), du sport (fixation de snowboard), de l'électronique (connectivité) Les pièces peuvent être fabriquées par les différentes techniques de mise en œuvre comme le moulage par injection, l'extrusion [10],....

De façon générale, ce matériau présente des propriétés mécaniques (rigidité, résistance mécanique,...) intéressantes. Ils ont particulièrement un comportement en fatigue très intéressant [11]. Pour une sollicitation jusqu'à 10^6 cycles ce composite présente une meilleure tenue en fatigue que celle du polycarbonate renforcé avec le même taux de fibres de verre [12]. A la fréquence de 5 Hz et à la température ambiante, ce composite dispose d'une meilleure tenue en fatigue par rapport au polyamide 6 renforcé avec le même taux de fibres de verre [13]; cependant un des problèmes assez souvent rencontré est lié à l'interface entre la matrice et la fibre, en particulier quand le matériau est sollicité de façon cyclique (sinusoïdale) [14,15,16,17, 18 et 19].

Le travail effectué dans cette thèse est présenté de la façon suivante :

Une étude bibliographique ; il s'agit d'abord d'une étude de base sur les matériaux composites, la résistance mécanique des polymères renforcés en fibres de verre, l'endommagement des matériaux composites, les composants d'un matériau composite renforcé en fibres de verre et les procédés de fabrication. Ensuite une étude sur le mécanisme d'endommagement pendant la fatigue, les différentes phases du comportement des matériaux composites en fatigue, l'origine, l'amorçage et la propagation des fissures, la rupture et ses micros mécanismes, le type de sollicitation et l'influence des différents paramètres, les modèles existants et les méthodes pour mesurer l'endommagement en fatigue.

Un travail préliminaire sur la fatigue des différents polymères. Nous avons étudié le Polycarbonate, Polystyrène et Polypropylène, qui ont été injectés au sein du laboratoire. Ce travail a été effectué pour pouvoir déterminer certaines relations entre la structure et les paramètres d'un modèle cinétique établi au laboratoire pour l'étude du comportement en fatigue du PA66 et son composite.

Un travail de caractérisation : les granulés de Polyamide 66 et son composite renforcé à 30% fibre de verre ont été injecté. Ensuite, les caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques ont été mesurées sur les matériaux vierges et les matériaux sollicités en flexion alternée.

Une étude approfondie sur le comportement en fatigue du PA66 chargé à 30% de fibres : les essais (continus, discontinus et interrompus) de flexion alternée et en traction-tractions sont réalisés. Les courbes de Wöhler sont établies. Les rôles de différents paramètres comme l'orientation des fibres sont étudiés. Le micro mécanisme de la déformation en fatigue est étudié de façon quantitative. La variation de température au cours de l'essai de fatigue est mesurée, l'auto-échauffement est analysé pour étudier l'impact de la fatigue thermique sur la durée de vie...

La modélisation de la durée de vie : avec un modèle développé au sein du laboratoire, la courbe de Wöhler est modélisée. Le modèle a été extrapolé pour différentes courbes de Wöhler (déformation/nombre de cycles) d'un polyamide 66 et son composite (aux différents fréquences) et le polystyrène.

Chapitre 2

2. Etude bibliographique

2.1. Matériaux composites

Les matériaux composites sont l'association d'au moins deux matériaux non-miscibles qui consistent deux phases distinctes dans la structure du matériau. Les composants sont la matrice et la charge ou les renforts. La matrice est une phase continue et son rôle est de maintenir la deuxième phase, le renfort qui joue le rôle de l'agent de renforcement. Dans les matériaux composites un paramètre très important est la distribution du renfort dans la matrice. Par exemple, à cause d'une distribution hétérogène et la formation de zones, les propriétés du composite peuvent varier. Les matériaux composites peuvent se classer dans trois groupes ; les composites à matrice organique, les composites à matrice métallique et les composites à matrice minérale (céramique). Le choix d'un matériau composite dépend beaucoup de l'environnement et surtout de la température. Quand la température de service est très haute (plus de 300°C), on ne peut pas utiliser un matériau composite à matrice organique.

Il est nécessaire de comprendre le mécanisme d'endommagement ainsi que le rôle des renforts (fibres).

De façon générale, le mécanisme d'endommagement en fatigue dans le cas des composites est différent de celui des polymères. L'endommagement dans un composite peut se situer en 3 lieux :

- 1) la fibre
- 2) la matrice
- 3) l'interface fibre/matrice

Le procédé de fabrication influence également l'endroit où s'amorce l'endommagement.

Après fabrication de la pièce, l'interface fibre/matrice joue un rôle essentiel sur le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique et c'est pourquoi il est obligatoire de comprendre sa nature.

2.1.1. Fibres de verre

Le verre est un matériau vitreux et isotrope, et il reste identique même après étirage. Il est composé essentiellement de silice (SiO_2), d'un oxyde alcalin (oxyde de sodium) et d'un oxyde alcalino-terreux (oxyde de calcium). C'est un matériau élastique et fragile et sa résistance à la rupture dépend de micro-défauts superficiels. La température de fusion du verre est environ $1750\text{ }^\circ\text{C}$ donc il conserve ses caractéristiques jusqu'à des températures très élevées.

Pour obtenir une résistance à la rupture ainsi qu'un module d'élasticité beaucoup plus élevé, les fibres jouent un rôle essentiel dans le matériau. Pour fabriquer les fibres de verre, le diamètre des trous de la filière est environ 1 mm et le diamètre des fibres est environ $10\text{ }\mu\text{m}$. Comme il y a un mouvement massif de la matière de l'intérieur de la fibre à la surface, tous les défauts qui auraient affaibli le verre dans la forme initiale vont disparaître et sa résistance mécanique va augmenter.

Le verre qui est le plus utilisé pour les renforts est le verre de type **E**, la raison principale est qu'il est moins cher que les autres verres. Il est connu pour ses propriétés diélectriques [5,20].

2.1.2. Matrice

Une autre composante très importante d'un matériau composite est la matrice qui est un matériau organique léger et déformable. Les rôles principaux d'une matrice sont la protection des charges, la distribution de la charge mécanique sur les renforts et la cohésion des charges qui a un rôle très important pour l'homogénéisation du composite.

Le type de matrice peut modifier les propriétés du composite mais le renfort joue un rôle essentiel sur les propriétés mécaniques globales du composite;

Module d'élasticité et résistance mécanique

Ténacité.

En général, les matrices organiques sont classées en deux groupes ; les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques ;

2.1.2.1. Matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont des polymères qui peuvent être mis en forme qu'une seule fois et après traitement thermique (synthèse), ils sont infusibles et insolubles.

A l'heure actuelle, ils sont très employés en raison de leurs caractéristiques thermomécaniques élevées. Les principaux sont les polyesters insaturés, les résines formo-phénoliques et les résines époxydes.

Pour les usages techniques les polyesters insaturés sont très employés grâce à leur excellent compromis coût/performance. Pour les applications structurales aéronautiques, ce sont les résines époxydes [5].

2.1.2.2. Matrices thermoplastiques

L'emploi des matrices thermoplastiques présente beaucoup d'avantages par rapport aux matrices thermodurcissables ;

- Facilité de stockage sous forme de semi produits à température ambiante (durée de vie infinie) ;
- Possibilité de recyclage ;
- Des cycles de transformation plus courts ;
- Possibilité de réparation
- Une meilleure tenue à la fatigue

On pourra les diviser dans trois groupes :

- les polymères de grande diffusion comme le polypropylène
- les polymères techniques comme les polyamides, les polyesters thermoplastique, les polyéthylméthacrylates, les polyacétates.
- les polymères haute performance (applications aéronautiques) comme le PEEK, le PPS, le PEI et le PES.

Certains polymères thermoplastiques peuvent résister à des températures élevées (260 °C dans le cas du Polyamide 66). Cependant, l'application des matrices thermoplastiques est spécifique ce qui limite leur utilisation dans les matériaux composites. Ils se moulent facilement et le procédé de mise en œuvre est réalisé en général par injection à haute pression. Ils sont utilisés fréquemment sans renfort [5,115].

2.2. Comportement du matériau en fatigue

Avant de concevoir une pièce en matériau composite, il faut connaître les propriétés mécaniques du matériau et son comportement en fatigue pour ces applications. Donc la compréhension du comportement d'un matériau en fatigue est un facteur non négligeable.

La progression de l'endommagement en fatigue peut être ductile en différentes étapes ;

- Le changement de microstructure, à cause d'une nucléation de l'endommagement permanent
- La création des fissures microscopiques
- La croissance et la coalescence de fissures microscopiques dominantes
- La propagation des macros fissures dominantes
- La rupture

Les principales caractéristiques et propriétés impliquées dans le comportement en fatigue d'un polymère, sont les suivantes :

1. La structure et la composition chimique, la masse molaire et sa distribution, les états physiques.
2. Le chargement mécanique du polymère peut générer la rupture de liaisons covalentes puis la croissance des fissures au cours du procédé de fabrication sous l'effet de la force de cisaillement [21].
3. La déformation homogène comme la déformation élastique et viscoélastique. Quand la concentration de contraintes à la tête de la fissure est assez haute et la rupture n'intervient pas encore, la limite d'élasticité du matériau peut être atteinte. Dans le cas des polymères vitreux, le point maximal de la limite élasticité présente deux modes : la limite d'élasticité du cisaillement et la limite d'élasticité normale de la contrainte, mais le cas des polymères semi-cristallins est différent. Ils sont parmi les polymères qui ont la meilleure tenue en fatigue. Par contre le mécanisme de la déformation, la balance entre l'énergie dissipée et la résistance à la fissuration dépendent du mode de rupture.
4. La déformation non-homogène comme la création de craquelures et bandes de cisaillement. La craquelure est différente dans le cas des polymères et dans le cas des autres matériaux comme les céramiques. La différence est qu'elle n'est pas une fissure réelle et elle nécessite une déformation plastique. Elle dépend du type de sollicitations, de la masse molaire et des paramètres de la fatigue comme, la fréquence, de paramètres environnementaux tels que la température et l'humidité. Ce phénomène se produit sous

certaines conditions pour les polymères amorphes vitreux et quelques polymères semi-cristallins [22,23,24]. La formation de craquelures se traduit par une dissipation d'énergie et la résistance mécanique du matériau devient faible.

5. Le phénomène de transition vitreuse de la matrice avec son changement d'état physique.
6. Les modifications morphologiques comme l'orientation et la cristallisation.
7. L'effet thermique induit par l'auto-échauffement [25].

De façon générale, lors d'un essai de fatigue en flexion alternée, avec la déformation appliquée, la variation de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles peut être schématisée par la

Figure 1 .

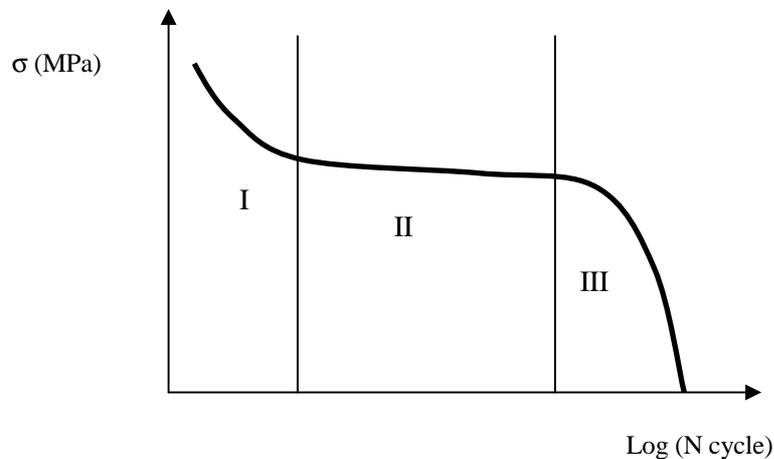


Figure 1 : Allure typique d'un comportement en flexion alternée

Sur cette courbe, on distingue les trois zones suivantes :

La première zone est une zone de l'établissement d'un régime thermique associé à une diminution de la rigidité du matériau qu'on peut identifier à une diminution de la contrainte induite dans le matériau. En général le nombre de cycles dans cette zone est inférieur à 1000 cycles.

La deuxième zone est la période d'amorçage des fissures (formation des défauts). Les expériences ont montré que les caractéristiques (par exemple le module d'élasticité) du matériau ne varient pas de façon sensible dans cette zone [13]. On peut donc identifier cette zone comme la zone de stabilisation de la contrainte induite. Pour les faibles déformations imposées, cette période peut être très longue ; plus de 80% de la durée de vie totale du matériau peut être définie par cette zone. Dans cette zone, les pré-sites s'accumulent dans des zones très localisées et ces

pré-sites n'influencent le comportement du matériau qu'à partir d'une concentration critique [26].

La troisième zone est une zone de coalescence et de propagation des fissures. La rupture se produit dans cette zone. Il existe plusieurs études qui expliquent les phénomènes physique et mécanique survenant dans cette zone [25].

2.3. Paramètres généraux qui influent sur la tenue en fatigue

Comme nous l'avons déjà mentionné, les paramètres les plus importants sont les paramètres liés au matériau, au chargement et à l'environnement. La **Figure 2** montre bien cette influence.

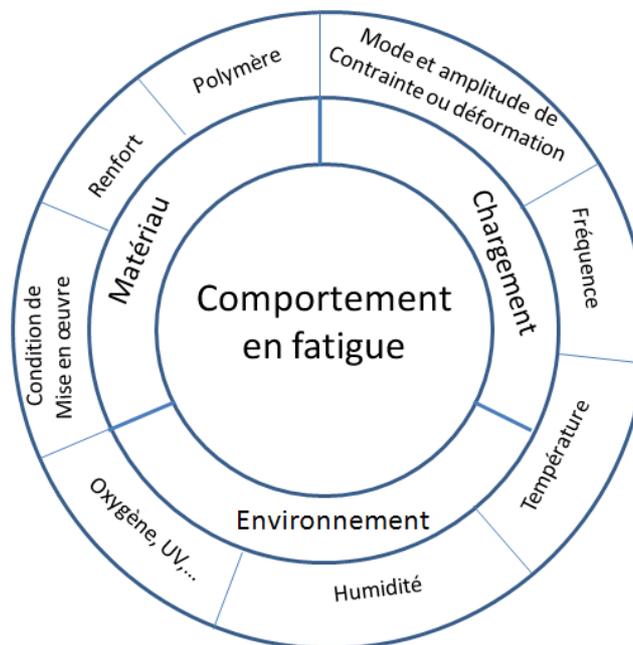


Figure 2 : Schéma illustrant l'influence des paramètres sur le comportement en fatigue

Les paramètres liés au matériau peuvent être classés en deux groupes :

- 1) Les composants d'un matériau composite (matrice et renfort)
- 2) Les conditions de mise en forme

Les paramètres liés au chargement sont le mode et l'amplitude de la contrainte (ou déformation) imposée et la fréquence.

Les paramètres liés à l'environnement sont la température et les paramètres agressifs comme l'humidité, l'oxygène, les UV qui peuvent être la cause du vieillissement du polymère.

La température peut être un facteur de l'environnement ou un facteur généré lors de la sollicitation. Quand on parle de la température extérieure, elle est un facteur de l'environnement mais quand on parle de la température induite par l'auto-échauffement, c'est un facteur qui dépend directement de la fréquence de sollicitation.

2.4. Paramètres influant liés au matériau

Localement, les modes de croissance des fissures dépendent de paramètres structuraux des matériaux. Par exemple pour les matériaux composites renforcés par des fibres, la géométrie des fibres (fibres longues ou courtes) le type (carbone ou verre), l'orientation, la concentration, le taux de charges, le degré d'adhésion entre les fibres et la matrice ainsi que la structure de la matrice, sont des paramètres qui peuvent modifier les propriétés mécaniques [27]. Les propriétés et la structure de la matrice (comme la ductilité) ont des effets sur la durée de la vie en fatigue du composite.

2.4.1 Nature du polymère

Le comportement en fatigue du composite dépend de la nature chimique, de la morphologie et de l'état physique de sa matrice.

- Le comportement d'un polymère avant tout dépend de la formulation chimique du monomère utilisé pour sa synthèse. La masse molaire des macromolécules et l'architecture des chaînes macromoléculaires sont également des paramètres importants.
- La phase amorphe et la phase cristalline ne présentent pas les mêmes comportements. De façon générale, la phase cristalline est beaucoup plus compacte et beaucoup plus rigide.
- En fin le polymère ne présente pas les mêmes caractéristiques dans ses différents états physiques. Par exemple le polymère à l'état vitreux est beaucoup plus rigide qu'à l'état caoutchoutique.

Dans le cas de notre étude, le matériau est un polymère semi-cristallin. Avec une T_g égale à 50°C , à la température ambiante, le polymère est à l'état vitreux mais proche de la zone de transition vitreuse. Avec une grande capacité d'absorption d'eau, ce polymère est très sensible à l'humidité.

2.4.2 Renforts

2.4.2.1. Nature des fibres

La nature des fibres est un paramètre déterminant, influant sur le comportement mécanique du matériau composite.

On distingue plusieurs paramètres influants :

2.4.2.2. Taux des fibres

L'introduction de charges dans une matrice augmente la résistance mécanique du matériau. Quand on sollicite les composites renforcés par des fibres de verre dans la direction des fibres, une augmentation de la fraction volumique des fibres augmente le module d'élasticité selon la loi des mélanges;

$$E = V_f E_f + (1 - V_f) E_m \quad (1)$$

Où E est le module d'élasticité, V_f est la fraction volumique des fibres, E_f est le module d'élasticité des fibres de verre et E_m est le module d'élasticité de la matrice.

Par contre, si la sollicitation est perpendiculaire à l'axe des fibres (cas de flexion) le module d'élasticité est ;

$$E = \left[\frac{V_f}{E_f} + \frac{1 - V_f}{E_m} \right]^{-1} \quad (2)$$

Mouhmid et al. [3] ont étudié les propriétés mécaniques du polyamide 66 renforcé à 15, 30 et 50 wt % fibres de verre. Une augmentation du taux des fibres augmente le module d'Young.

Par contre, le diamètre des fibres [28] ne semble pas avoir une influence sur le module d'élasticité d'un polyamide 66 renforcés par des fibres de verre courtes. Cependant, la longueur et le type des fibres ont un effet très important sur ces propriétés mécaniques.

2.4.2.3. Longueur des fibres

La longueur des fibres a une influence importante sur la résistance en fatigue. Un polyamide 66 chargé par des fibres longues présente une meilleure tenue en fatigue par rapport au polyamide 66 chargé par des fibres courtes. La longueur des fibres de verre à une influence sur le taux de croissance des fissures et le taux de l'énergie dissipée en fatigue. La plupart des

améliorations de résistance à la rupture en fatigue sont dues à l'augmentation de la longueur des fibres [29].

2.4.2.4. Inteface fibre et matrice

La performance des matériaux composites en service dépend le plus souvent de la qualité de l'interface matrice/renfort c'est-à-dire l'adhérence entre le renfort et la matrice. En général, lorsque la résistance de l'interface fibre/matrice est assez élevée, la durée de vie augmente pour un même niveau de contrainte, par rapport à la matrice seule. En revanche la durée de vie diminue pour un même niveau de déformation [30]. De manière générale, au cours de la fabrication d'une pièce en matériau composite, la matrice thermoplastique ou le mélange réactionnel thermodurcissable se présente à l'état liquide et c'est la raison pour laquelle l'adhésion entre la matrice et le renfort dépend de la mouillabilité. La condition de mouillabilité complète d'une goutte liquide sur un substrat est la suivante;

$$\gamma_{Ls} + \gamma_{Lv} = \gamma_{Sv} \quad (3)$$

Où λ est la tension de la surface. LS est Liquide- Solide, LV est Liquide- Vapeur, SV est Solide- Vapeur.

Si θ est l'angle de la goutte avec la surface solide, on peut définir l'équilibre des forces par la relation suivante :

$$\gamma_{Ls} + \gamma_{Lv} \cos \theta = \gamma_{Sv} \quad (4)$$

Un bon comportement de l'interface d'un composite nécessite :

- 1) D'éviter la formation de porosités afin d'obtenir une bonne continuité physique d'un composant à l'autre dans tout le matériau ;
- 2) Que la matrice disperse et transmette les efforts aux fibres par l'intermédiaire de l'interface ;
- 3) Qu'il n'y ait pas possibilité d'amorçage de l'endommagement à l'interphase matrice/fibre.
- 4) La bonne mouillabilité de la fibre qui est généralement obtenue par un traitement de surface comme l'ensimage [5].

2.4.2.5. Ensimage

Les fibres de verre peuvent être endommagées par abrasion. Pour les protéger, un mélange de substances organiques est appliqué sur leur surface pendant l'opération de filage. L'application de ce revêtement qui assure la cohésion fibres/matrice s'appelle ensimage.

Dans ce mélange organique, on distingue des silanes, des agents collants, des agents lubrifiants, des agents mouillants, des émulsifiants et

Les amino-silanes $(\text{CH}_3\text{-O})_3\text{-Si} - (\text{CH}_2)_3 - \text{NH}_2$ sont connus pour être de bons agents de couplage fibre-matrice. L' amino-silane réagit avec les fonctions silanol du verre pour donner des liaisons Si- O - Si et du méthanol qui est éliminé.

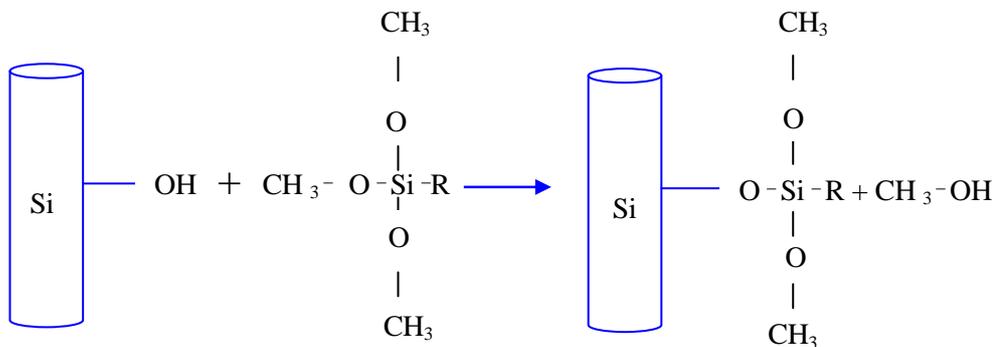


Figure 3 : Traitement des fibres par l'agent d'ensimage (organo-silan)

Cette création chimique explique le mécanisme d'action des agents de couplage tel les silanes. Il faut noter que les couches de faible cohésion proviennent d'un mauvais mouillage [5].

2.4.3 Conditions de mise en forme

L'injection des polymères thermoplastiques comporte trois phases;

- 1) plastification
- 2) injection et compactage
- 3) refroidissement [31]

La modification de chaque phase peut changer les propriétés des produits finaux. Par exemple la température du moule, les températures de la matière, le temps de refroidissement, la pression de la matière, le séchage de la matière avant l'injection... sont des paramètres très importants pour les propriétés finales. De plus les conditions de mise en œuvre peuvent influencer l'état des fibres dans la matrice. Les phénomènes comme l'orientation et la distribution hétérogène et l'agglomération des fibres, la rupture des fibres par la vis dépendent des conditions de mise en œuvre.

2.4.3.1. Orientation des fibres

Une caractéristique très importante des matrices thermoplastiques renforcées par des fibres de verre, est l'hétérogénéité du matériau, due à l'orientation des fibres et elle existe même pour les géométries simples.

En général, une plaque injectée d'un matériau thermoplastique renforcé par des fibres, a différentes couches ; la peau, la zone sous-cutanée et le cœur [32,33] (**Figure 4**).

L'orientation des fibres dans les différentes couches du matériau diffère selon leur position par rapport à la surface. Dans les zones sous-cutanées, les fibres sont orientées dans la direction de l'écoulement de la matière dans le moule (MFD) et à cœur dans sa direction perpendiculaire. L'orientation dépend aussi de l'épaisseur de la pièce [34].

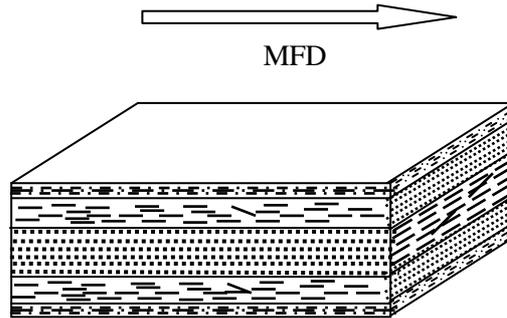


Figure 4 : Les différentes orientations des fibres dans une plaque injectée

La vitesse d'injection peut influencer le nombre de couches dans une plaque. L'injection avec une vitesse lente aboutit à la formation de 5 couches tandis qu'avec une injection rapide le nombre de couches diminue à 3 [35]. Bernasconi et al. [10] ont travaillé sur l'effet de l'orientation des fibres de verre courtes dans une matrice polyamide 6. Ils ont montré que la valeur de θ ou l'angle de l'orientation des éprouvettes augmente (**Figure 5**), le module élastique, la contrainte à la rupture en traction et la résistance en fatigue diminuent.

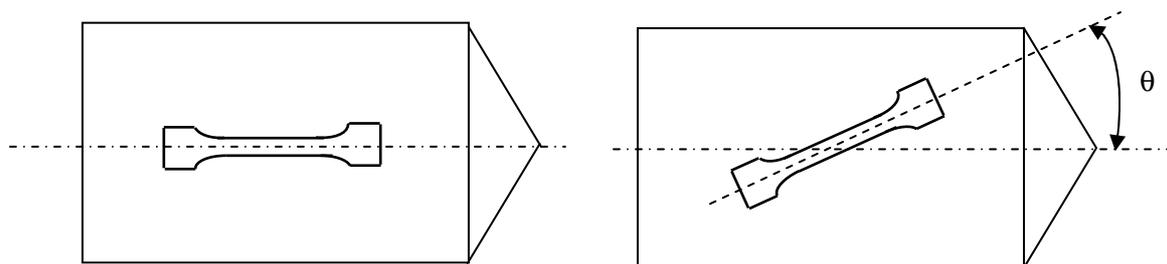


Figure 5 : Définition de l'angle θ dans une plaque injectée

L'influence de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique du polyoxyméthylène renforcé par des fibres de verre courtes a également été mise en évidence par Ramsteiner and Theysohn [36], notamment sur le module d'élasticité.

2.4.3.2. Concentration des fibres

La concentration des fibres dans un matériau composite est un paramètre déterminant sur les propriétés mécaniques. S'il existe des variations de concentration ou une orientation de fibres indésirable dans le matériau (hétérogénéités), la contrainte distribuée dans le matériau ne sera pas la même et va créer des points faibles. Ces points faibles peuvent être des défauts préexistants dans le matériau susceptibles d'amorcer les fissures en fatigue. Il est donc nécessaire d'avoir une concentration homogène des fibres dans le matériau.

2.4.4 Chargement

2.4.4.1. Mode de sollicitation

En fatigue, la sollicitation est un autre paramètre important. La sollicitation est assez souvent alternative et en particulier sinusoïdale. Dans cette condition, le mode de sollicitation peut être traction-traction, flexion alternée, ... Dans tous les cas, la durée de vie dépend de ces paramètres.

2.4.4.2. Amplitude de sollicitation

L'amplitude de contrainte ou de déformation appliquée est un paramètre déterminant pour la durée de vie en fatigue. Une courbe de Wöhler montre bien l'influence d'une augmentation de contrainte sur la durée de vie (**Figure 6**).

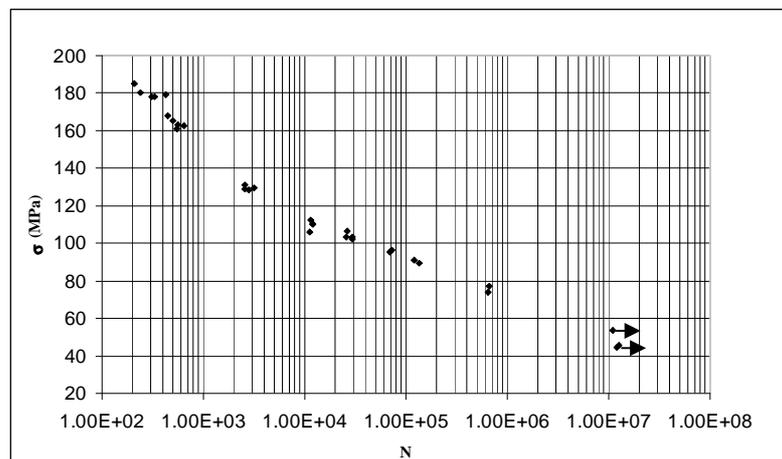


Figure 6 : Courbe de Wöhler d'un polyamide 66 renforcé à 30 % de fibres de verre en flexion alternée

On peut présenter cette amplitude par le rapport R selon la norme Afnor NF A 03 400 ; c'est le rapport algébrique de la contrainte (ou de la déformation) minimale et maximale dans un cycle.

$$R_{\sigma} = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \quad \text{ou} \quad R_{\varepsilon} = \frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}} \quad (5)$$

En flexion alternée, R_{σ} est égale à -1.

Caprino et al. [110] ont montré qu'en augmentant la valeur de R (entre 0,1 et 0,5) en contrainte, la durée de vie en fatigue augmente.

Selon Handa et al. [37] la relation entre la contrainte et la durée de vie à partir de la courbe de Wöhler est la suivante:

$$\sigma = -A \log N + B \quad (6)$$

Où A est la pente et B est l'ordonnée à l'origine de la courbe de Wöhler approximée. Ils ont indiqué que, l'ordonnée à l'origine B (MPa) diminue linéairement quand la fréquence augmente.

L'amplitude de sollicitation peut influencer la durée de vie d'une autre manière. On peut constater dans certains cas un auto-échauffement lié au changement de l'amplitude. Cependant cet effet n'est pas trop développé dans la littérature.

2.4.4.3.Fréquence de sollicitation

La fréquence de sollicitation est un paramètre important en fatigue, particulièrement pour l'établissement d'un équilibre thermique. La vitesse de propagation des fissures au cours d'un essai de fatigue dépend du niveau de chargement et de la fréquence de l'essai pour un polyamide 66. Par contre pour un polyamide 66 renforcé de fibres de verre, la fréquence de sollicitation n'a aucun effet sur la vitesse de propagation des fissures [38,39]. Aux fréquences inférieures à 1 Hz et à température ambiante, le mécanisme de la propagation des fissures est très lent [40].

i) Phénomène de l'auto-échauffement

En augmentant la fréquence de sollicitation, le mouvement moléculaire va augmenter, donc on va avoir un phénomène d'auto-échauffement qui résulte de la dissipation d'énergie. Handa et al. [37] ont comparé deux fréquences de 5 à 50 Hz et ils ont observé que l'augmentation de la fréquence diminue la durée de vie (effet de la fatigue thermique).

Selon Zhou et al. [41] l'augmentation de la fréquence augmente la durée de vie pour un polyamide 66 renforcé à 30 % de fibres de verre, pour les fréquences comprises entre 0,5 et 2 Hz. Pour les fréquences comprises entre 2 et 20 Hz, la fatigue thermique prend une place plus

importante, elle se superpose à la fatigue mécanique et la durée de vie diminue. Horst et al. [42] ont montré que pour le polyamide 6 renforcé à 30 % fibres de verre la température de l'éprouvette augmente même à la fréquence de 1 Hz. Pour les fréquences faibles, le fluage a un effet négatif sur la durée de vie. Pegorreti et al. [43] ont étudié la propagation des fissures sur un polypropylène renforcé par des fibres de verre courtes. Pour chaque valeur fixe de ΔK (facteur d'intensité de contrainte) et de ΔG (amplitude de la vitesse de dissipation de l'énergie de déformation) la vitesse de propagation de fissures augmente quand la fréquence augmente. D'après Dentsoras et Kouvaritakis [44], les propriétés mécaniques des matériaux viscoélastiques dépendent de la fréquence de vibration et cette dépendance a un effet sur la vitesse de propagation des fissures en fatigue. Ils ont aussi rapporté que quand la fréquence de sollicitation est plus faible que la fréquence de résonance, le nombre de cycle à la rupture a tendance à diminuer.

ii) Thermodynamique de l'auto-échauffement

La mesure de température induite par l'auto-échauffement d'un matériau est très importante pour comprendre sa tenue en fatigue. Elle permettra de constater les différents régimes pendant la sollicitation. Les études effectuées [45,46,47,48] sur les aciers montrent qu'en mesurant la température induite par l'auto-échauffement, on peut déterminer la limite d'endurance. Ces types d'études permettent de modéliser la durée de vie avec un nombre d'éprouvettes réduit.

Pendant la sollicitation, lorsque la contrainte dépasse la limite initiale d'élasticité, la température de l'auto-échauffement augmente sous forme d'un intense dégagement de chaleur [49]. Cette augmentation peut diminuer la durée de vie en fatigue [50].

L'augmentation de la température de l'auto-échauffement dépend de plusieurs paramètres comme la nature du matériau (diffusion de la chaleur), le niveau de chargement, le rapport de R, le type de sollicitation, la fréquence [48]... En général, quand le niveau de chargement n'est pas très fort, la température de l'éprouvette augmente en trois étapes. D'abord, une augmentation rapide correspondant à l'effet de la dissipation de la chaleur qui a été une conséquence de la sollicitation de chargement. Ensuite une augmentation très faible ou (une stabilisation pour un faible niveau de chargement). Quand la quantité de l'énergie dissipée est en équilibre avec la quantité de l'énergie thermique extrait par le milieu (l'environnement), la température de l'éprouvette devient stable [51]. Finalement elle augmente dans la phase de propagation des fissures jusqu'à la rupture. Comme la zone de la propagation des fissures est une zone

relativement courte, le point d'initiation de la dernière augmentation indique l'imminence de la rupture.

De façon générale, dans le cas d'un polymère chargé la température induite par l'auto-échauffement augmente d'une manière plus importante que le même polymère sans charge. Une étude sur le polyamide 66 et son composite montre qu'un polyamide chargé a un module de perte plus élevé qu'un polyamide pur donc la température induite par l'auto-échauffement de ce composite est plus élevée que celle de sa matrice [51].

En général, la création des défauts thermiques est due à l'accumulation d'énergie d'hystérésis générée à chaque cycle. Quand cette énergie dissipée se transforme en chaleur, on observe une augmentation de la température. En augmentant la fréquence, la température va augmenter.

Selon Ratner et Korobov [52] et Handa et al. [53], l'augmentation de la température de l'éprouvette (ΔT) en équilibre dépend de la fréquence de sollicitation :

$$H_T = \pi f E''_{nl} \varepsilon_{av}^2 \quad (7)$$

Où H_T est l'énergie dissipée sous l'effet de la viscoélasticité, ε_{av} est la déformation moyenne, f est la fréquence et E''_{nl} est le module de perte non linéaire. En supposant $\varepsilon_{av} = \frac{\varepsilon_{max}}{2} = \frac{\sigma_{max}/2}{E}$ cette équation devient ;

$$H_T = \pi f E''_{nl} \left[\left(\frac{\sigma_{max}}{2} \right) / E' \right]^2 \quad (8)$$

Où ε_{max} est la déformation maximale et σ_{max} est la contrainte maximale.

La combinaison de ces deux équations conduit à l'équation suivante;

$$\Delta T = \left(\frac{\pi L}{k} \right) f \left(\frac{E''}{E'^2} \right) \left(\frac{\sigma}{2} \right)^2 \quad (9)$$

Où ΔT est l'augmentation de la température, k est le coefficient de transfert de la chaleur, et L est la longueur de l'éprouvette. Cette équation montre que la variation de la température dépend directement de la contrainte.

2.4.5 Environnement

2.4.5.1. Température

Un facteur qui a un effet très important sur le comportement mécanique des polymères et particulièrement en fatigue, est la température.

Il est important de connaître la température pendant la sollicitation du matériau. En augmentant la température, la vitesse de propagation des fissures va diminuer et la durabilité va s'accroître, la déformation à la rupture va augmenter et la rigidité diminue [30,54]. A température modérée, on se situe à l'état vitreux du polymère. Dans cette zone, les liaisons faibles intermoléculaires, force de Van der Waals s'affaiblissent avec une augmentation de température et le matériau devient ductile [55].

Schmidt and Marlies [56,25] ont trouvé le taux de production de la chaleur (H_f) pour le cas de la contrainte appliquée:

$$H_f \propto \frac{DF^2}{E_d} \quad (10)$$

Où D est la capacité d'amortissement du matériau, F la force et E_d est le module d'élasticité dynamique. Cette relation montre que quand la température augmente, le module d'élasticité dynamique diminue.

2.4.5.2. Humidité

Le pourcentage de l'eau dans le matériau pendant un essai de fatigue a un rôle très important. La diffusion de molécules d'eau dans le polymère va créer un phénomène qui s'appelle plastification. Quand un polymère absorbe de l'eau, des interactions entre l'eau et les groupes polaires sont formées et les interactions secondaires entre les chaînes sont supprimées. En conséquence le matériau va devenir plus ductile.

Lorsque le pourcentage d'absorption d'eau augmente, la limite d'endurance va augmenter parce que l'amorçage des micro-défauts nécessite une déformation plus élevée [57].

Dans un matériau composite, le pourcentage d'eau dans le matériau modifie ses propriétés mécaniques, par exemple l'augmentation du taux d'humidité diminue la résistance au cisaillement et cela est dû à une plus faible résistance mécanique de l'interface fibre et matrice [58,59,60].

Les polyamides sont des polymères polaires et ils sont connus pour avoir une absorption d'eau élevée. Le pourcentage de l'eau peut affecter toutes ses propriétés.

Selon Earl et al. [61] Ma et al. [59] quand le matériau reste longtemps dans l'eau, une relaxation des contraintes résiduelles dans la matrice va se produire, ce qui peut avoir un effet positif sur les propriétés mécaniques du matériau. Ils ont aussi rapporté que c'est la combinaison de l'humidité et de la température qui a un effet sur les propriétés du polymère.

Franco et al. [62] ont étudié l'influence de l'humidité sur la résistance en fatigue du polyphénylènesulphide (PPS) renforcé avec des fibres de carbone. A température ambiante, la tenue en fatigue est peu sensible au taux d'humidité relative ; quand la température est faible (-55°C), l'humidité augmente la résistance en fatigue et quand la température est élevée (80°C), l'humidité diminue cette résistance.

Hahn, Manson, Hertzberg et al. [63] ont étudié le mécanisme de propagation des fissures, le rôle des propriétés viscoélastiques sur cette propagation ainsi que l'influence de l'humidité sur le comportement en fatigue du polyamide. Ils ont indiqué que le module de conservation, l'énergie dissipée et l'augmentation de la température induite par l'auto échauffement influent sur la propagation des fissures. La résistance à la fatigue est maximisée par une combinaison optimale du module de conservation (E') et la complaisance (D'').

2.5 Mécanisme d'endommagement

En général, la déformation cyclique a deux composantes ; Elastique et Plastique. Lorsque l'application périodique de la composante élastique n'induit pas de modifications de propriétés et de structure interne, c'est l'application répétitive de la composante plastique qui induit ces changements [64,65].

Mandell [66], a travaillé sur les polymères renforcés comme le polyamide 66 (PA66), polycarbonate, polysulfone (PSUL), polyamide-Imide (PAI) et polysulfure de phénylène (PPS). Selon lui, il existe deux types d'endommagement pour les matériaux composites; le premier pour les matrices ductiles et le deuxième pour les matrices fragiles. Quand la matrice d'un composite est ductile, la concentration de contraintes est située aux extrémités des fibres. Cette concentration engendre la plastification locale de la matrice et entraîne la propagation de la fissure principale. Dans le cas des composites à matrices fragiles, si l'adhésion fibre-matrice est faible, la propagation des fissures suit l'interface donc la plupart des fibres sont complètement déchaussées. Par contre si cette adhésion est forte, on observe des microfissures à l'extrémité des fibres.

La compréhension des mécanismes d'endommagement en sollicitation cyclique des polymères chargés nécessite d'étudier plusieurs paramètres comme l'amorçage, la propagation des fissures, le mécanisme de la rupture et aussi les facteurs influençant le comportement en fatigue. L'amorçage de la fissure pour les éprouvettes non entaillées est une étape longue pendant laquelle le comportement du matériau est peu modifié [67].

En général, la propagation des fissures est dissociée en deux phases:

- une phase de propagation contrôlée
- une phase de propagation rapide (incontrôlée) par rupture fragile [68,69,70].

Cet endommagement va augmenter progressivement et va dégrader les propriétés du matériau comme la rigidité. Certaines observations montrent que le nombre de fissures transverses mesuré au bord des échantillons est plus important en fatigue qu'en essai de traction monotone et dépend du niveau de chargement cyclique [71,72].

D'après Reifsnider et al. [73] l'endommagement pendant un essai de fatigue, s'amorce à l'échelle microscopique et se développe par plusieurs mécanismes locaux interagissant entre eux et conduisent à la formation d'un réseau de fissures transverses [74,75].

2.5.1. Origine et amorçage des fissures (Fissures courtes)

Le problème majeur pour le développement d'un modèle de prédiction de la durée de vie est liée à la définition de l'amorçage des fissures car les fissures en fatigue sont de deux types selon le matériau : les fissures courtes et les fissures longues.

Les fissures courtes peuvent être classées en deux catégories :

- Les fissures courtes liées aux défauts préexistant dans le matériau comme la décohésion charge/matrice, les cavités...

Ce genre de fissures courtes est responsable de l'amorçage des fissures. Pendant la sollicitation, selon leurs positions dans le matériau, elles peuvent grandir et devenir des fissures longues.

- Les fissures courtes produites par une fissure longue ;

Ce genre de fissures existent toujours à côté d'une fissure longue et résultent de la propagation des fissures. Ces fissures courtes peuvent devenir des fissures importantes si elles coalescent avec les autres fissures ou si elles se forment/sont localisées dans une zone de concentration de contraintes.

Les fissures longues sont des fissures propagées dans le matériau sur une grande distance, à l'échelle du micron. Elles peuvent se former à cause de l'amorçage d'une discontinuité pendant la sollicitation en fatigue. Les fissures longues ont un rôle important pour la rupture du matériau. En général, elles apparaissent au début de la troisième zone c'est-à-dire la zone de propagation des fissures (**Figure 1**).

Selon Ibrahim et Miller [76], la phase de propagation de fissure commence à partir du premier cycle et la phase d'amorçage des fissures à l'échelle microscopique n'existe pas.

i) Dépassement du seuil de plasticité à une concentration de contrainte

Quand les contraintes locales sont assez élevées, la déformation plastique du polymère va commencer (**Figure 7**).

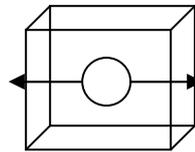


Figure 7 : Déformation plastique du polymère

ii) Déformation et augmentation de la contrainte hydrostatique

La région qui s'allonge plastiquement dans la direction de la contrainte principale provoque une contraction latérale, favorisant la tri-axialité (**Figure 8**).

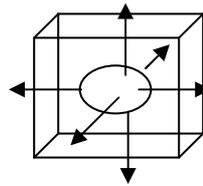


Figure 8 : Tri-axialité de la contrainte

iii) Micro-cavitation

Ce phénomène est un micro-mécanisme de l'endommagement qui a souvent été observé lors de la sollicitation de polymères semi-cristallins tels que le polyéthylène téréphtalate [77], le polypropylène [78,79] et le PVDF [80,81] ainsi que les polymères renforcés.

La microcavitation est aussi observée lors de la cristallisation du polymère [82]. Elle existe aussi pour les polymères renforcés/matériaux composites à l'interface matrice/renfort [31].

Cette tri-axialité est à la fois défavorable à la croissance de la région de déformation plastique, et favorable à la micro-cavitation (**Figure 9**).

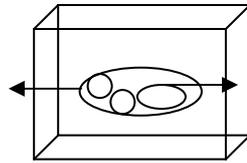


Figure 9 : Microcavitation

Pour certains polymères comme le polyamide 6, la taille des cavités est à l'échelle du nanomètre [83].

iv) Formation de fibrilles

Si la micro-cavitation a lieu, les contraintes triaxiales sont immédiatement relâchées, et la déformation plastique peut continuer localement, donnant naissance à une région fibrillaire qui représente le germe de la fissure. Pour les matériaux ductiles la coalescence des microcavités est la dernière étape de la rupture [31].

Peterlin [84] a développé un modèle de micro-striction pour les polymères semi-cristallin soumis à une déformation de traction.

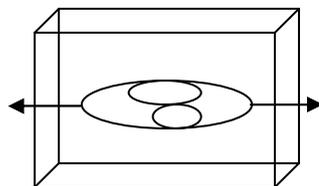


Figure 10 Formation des fibrilles

Dans les chaînes des polymères, le phénomène peut être expliqué par l'hypothèse de l'accumulation de défauts conformationnels. Ce mécanisme est caractérisé par le changement d'une conformation à une autre [85] (Figure 11).

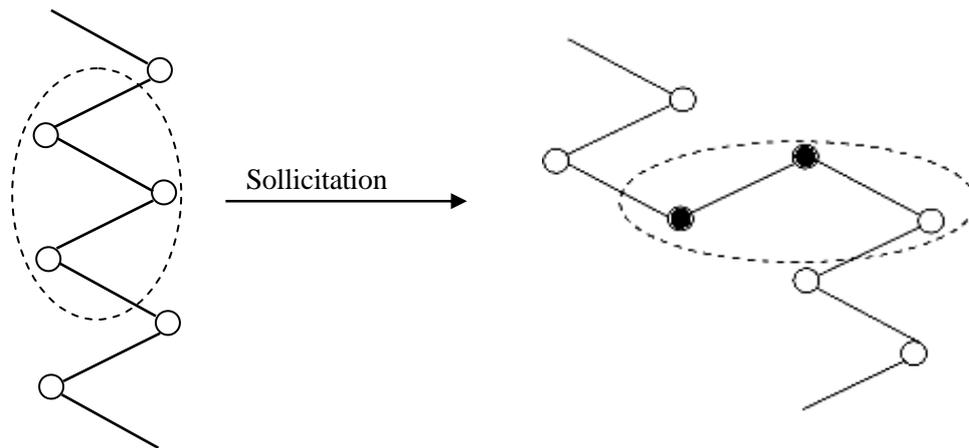


Figure 11: Changement de conformation de la structure moléculaire, ● conformation Trans, ○ conformation Gauche

2.5.2. Propagation des fissures (fissures longues)

En fatigue, lorsqu'une fissure croit, il se développe en tête de fissure, une zone où il y a une variation de la densité et de l'orientation des fibres.

Le processus de propagation des fissures implique de nombreux mécanismes tels que la rupture des fibres, la déformation plastique, la nucléation et la coalescence de cavités, la rupture de la matrice et la bifurcation des fissures.

Macroscopiquement, les fissures se propagent d'une manière discontinue avec la sollicitation continue. La propagation de fissures au cours de la fatigue peut avoir différentes formes :

Des stries, des bandes de croissance discontinues et des fissurations en epsilon :

- Pour les stries en fatigue (striation), l'avancement de chaque ligne de fissure est lié à plusieurs cycles de charge/décharge de sollicitation.
- Pour les bandes de croissance discontinues (D. G. B., "Discontinuous Growth Band" ou D. C. G., Discontinuous Crack Growth), le défaut résulte d'un chargement de l'état local de contrainte et correspond à l'avancement d'une fissure tous les cents ou mille cycles. Lorsque la contrainte est faible, il y a une croissance discontinue au début de l'essai pour la plupart des polymères. D'après SKIBO et al. [86] le principe de formation d'une bande de croissance discontinue est décrit par le schéma de la Figure 12 :

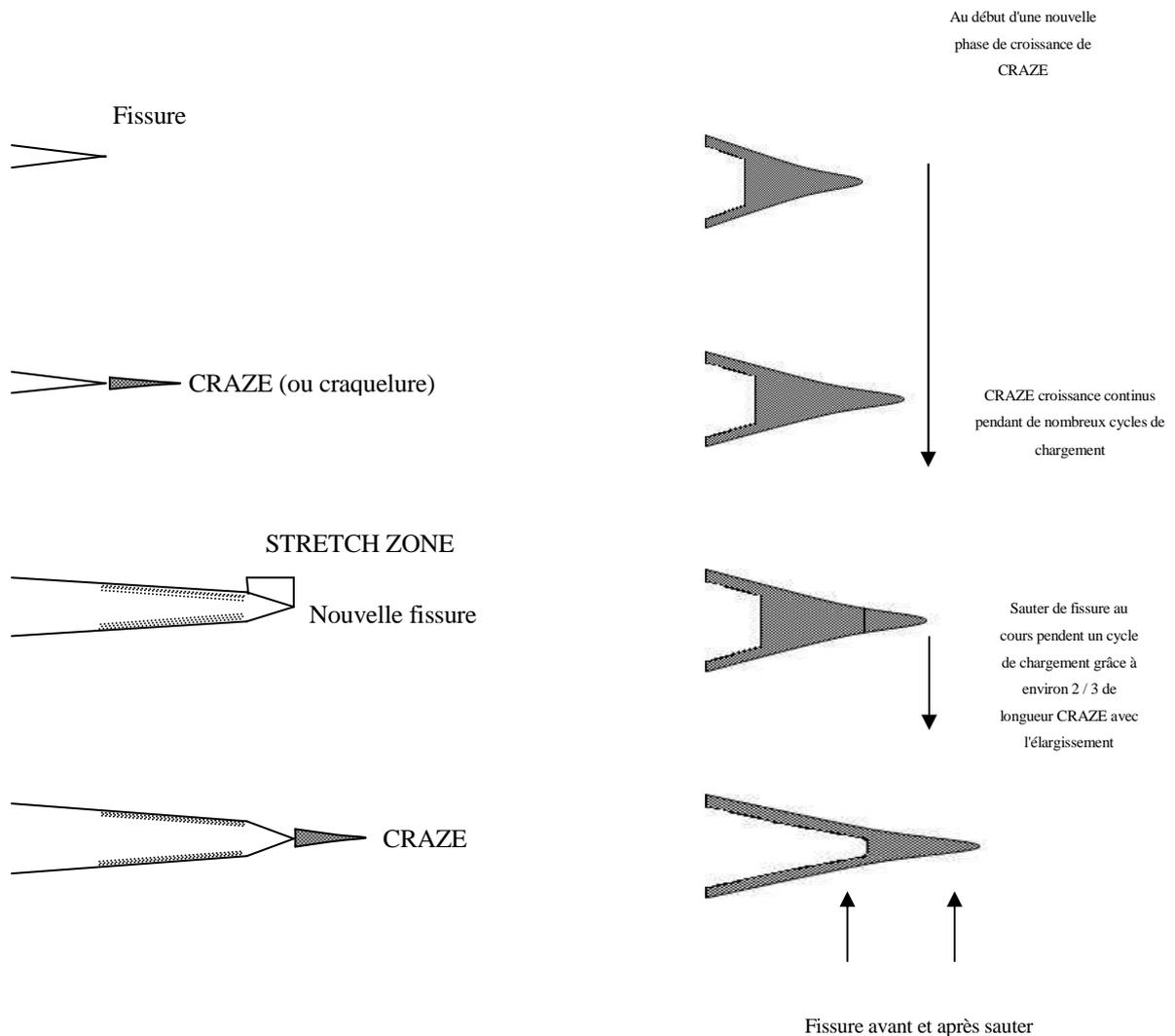


Figure 12 : Formation d'une bande de croissance discontinue (SKIBO et al.)

- Lorsque l'écoulement en cisaillement l'emporte sur la formation de craquelures, la fissuration en epsilon va se produire. TAKEMORI [87], a montré que le critère d'existence de ce front de fissure en epsilon correspondait à un rapport $\frac{\epsilon_c}{\sigma_y} > 0,4GPa^{-1}$.

Dans le cas d'éprouvettes pré-entailées, le modèle le plus utilisé pour la propagation des fissures est le modèle de Paris et Erdogan [1963]. Ce modèle donne la vitesse de propagation de fissures en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte (**Figure 13**). Cette courbe fait apparaître trois zones :

La zone principale ou bien **deuxième zone** est la zone où la propagation de fissures est contrôlée. Dans cette zone, le comportement correspond au modèle de Paris [13, 25] :

$$\frac{da}{dN} = C.\Delta K^m \quad (11)$$

Avec : $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ et $K \propto \sigma\sqrt{a}$

Où $\frac{da}{dN}$: Vitesse d'avancée de la fissure par cycle, m : Constante dépendant du matériau

ΔK : facteur d'intensité de contrainte, σ : contrainte globale dans le matériau homogène

a : demi-longueur de la fissure

La Première zone est une zone où la vitesse de propagation de fissures est inférieure à celle prévue dans la zone II.

La Troisième zone est une zone où la vitesse de propagation de fissures est supérieure à celle prévue dans la zone II et c'est dans cette zone qu'on observe la rupture.

Il est fort probable que la résistance à la propagation des fissures en fatigue augmente en fonction de la cristallinité et de la taille des sphérolites [35]. Les travaux récents montrent qu'une seule partie de la sollicitation est efficace pour la propagation de fissure parce que la fissure reste fermée pendant l'autre partie c'est-à-dire la propagation d'une fissure n'est pas proportionnelle à la variation du facteur d'intensité de contrainte (ΔK) mais plutôt au facteur d'intensité des contraintes effectif ΔK_{eff} vu par la fissure. Cette fermeture peut avoir plusieurs sources comme la plasticité, la rugosité des faces, l'oxydation [88].

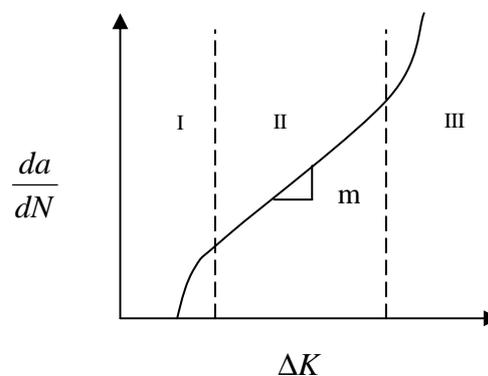


Figure 13 : Courbe de Paris

Lin Ye [89] a proposé un modèle basé sur la variation de la propagation des fissures en fatigue ou $\frac{\partial a}{\partial N}$. Cette loi a été développée selon la loi de Paris pour les matériaux composites renforcés par des fibres courtes.

$$\frac{\partial a}{\partial N} = C.(\Delta K)^n = C_1 S_a^2 a^m \quad (12)$$

Où C , n , C_1 et m sont des constantes qui dépendent du matériau et S_a est la contrainte appliquée. Cette équation indique une petite fissure avec une contrainte élevée ou une grande fissure avec une contrainte faible et présente le même taux de croissance si leur valeur de ΔK ou de $S_a^2 a$ est égale.

Il a comparé les caractéristiques de la propagation des fissures en fatigue des métaux et l'endommagement dans les composites et il a proposé la loi d'accumulation de l'endommagement pour les composites;

$$\frac{dD}{dN} = C \left(\frac{\sigma_{\max}^2}{D} \right)^n \quad (13)$$

Où $\frac{dD}{dN}$ est le taux de développement de l'endommagement par cycle, C et n sont des constantes du matériau et peuvent être déterminées par les variations de niveau de contrainte et $\frac{\sigma_{\max}^2}{D}$ est le taux du développement de l'endommagement.

L'intégration de cette équation avec les conditions de $D=0$ quand $N=0$ a permis d'obtenir la relation suivante ;

$$D = [(n+1)CN]^{\frac{1}{n+1}} \cdot \sigma_{\max}^{\frac{2n}{n+1}} \quad (14)$$

La prédiction de la première partie endommagée qui correspond à une grande partie de la durée de vie peut être définie par la relation suivante ;

$$N_1 = \frac{D_C^{n+1}}{(n+1)C\sigma_{\max}^{2n}} \quad (15)$$

Où D_C est l'endommagement critique qui dépend du niveau de la contrainte.

A l'aide de la relation entre l'endommagement et le module d'Young proposé par Chang [90]

($D = 1 - \frac{E}{E^0}$) et la relation (13) Lin Ye a défini le modèle de la dégradation;

$$D = 1 - \frac{E}{E^0}$$

$$\frac{dE}{dN} = -E^0 \cdot C \cdot \left(\frac{\sigma_{\max}^2}{1 - \frac{E}{E^0}} \right)^n \quad (16)$$

L'intégration de cette équation donne une relation entre les valeurs du module et le nombre de cycles et le niveau de la contrainte appliquée en fatigue ;

$$\frac{E}{E^0} = 1 - NC(n+1)^{\frac{1}{n+1}} \sigma_{\max}^{\frac{2n}{n+1}} \quad (17)$$

Une bonne corrélation a été obtenue entre ce modèle et les résultats expérimentaux pour les composites préparés par injection (SMC sheet moulding composites). Ce modèle peut également être utilisé pour prédire la durée de vie.

2.5.3. Rupture et micros mécanismes de rupture

En général, nous avons trois genres de rupture, la rupture fragile, la rupture ductile et la combinaison des deux. La nature de la rupture dépend de plusieurs paramètres physico-chimiques et des défauts préexistants dans le matériau [31]. G'Sell [91] a présenté trois mécanismes pour décrire la rupture chez les polymères ;

1) endommagement 2) cisaillement 3) craquelure

Mais en fatigue des polymères selon Rault on distingue deux ruptures de fatigue ; la rupture thermique et la rupture mécanique. La première ayant lieu par écoulement et la seconde par nucléation et propagation des fissures [92].

En général la rupture se produit lorsque ;

$$K_I = K_{IC} = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{k}} \quad (18)$$

Où ;

K_I est le facteur d'intensité de contrainte, K_{IC} est la ténacité et dépend du matériau et de la géométrie, $E\gamma_s$ est l'énergie de la surface libre, $k = 1-\nu^2$ en déformation plane et $k=1$ en contrainte plane.

Dans le cas d'une rupture fragile, le taux de restitution d'énergie (G) dans une structure élastique chargé est défini comme ;

$$G = \frac{dP}{dA} \quad (19)$$

Où P est l'énergie potentielle totale de la structure fissurée et A est la surface de la fissure.

La propagation des fissures se produit quand la valeur de G est supérieure à une valeur critique G_c .

La relation entre le taux de restitution d'énergie et le facteur d'intensité de contrainte en mode ouverture est le suivant [55];

$$K_I^2 = E'G_I \quad (20)$$

$$E' = \frac{E}{1-\nu^2} \text{ en déformation plane}$$

$$E' = E \text{ en contrainte plane}$$

Il existe plusieurs travaux sur les paramètres qui influent sur la ténacité ainsi que le comportement de la rupture des polymères [93,94,95].

L'endommagement s'exprime en pourcentage de chute de contrainte (**Figure 1**).

Sato et al. [96,97] ont travaillé sur un composite à matrice métallique et le polyamide 66 chargé par des fibres de verre courtes. Ils ont étudié le mécanisme de rupture à l'aide de l'émission acoustique, la microscopie optique et le microscope électronique à balayage.

Selon eux, pour le composite à matrice métallique, la plupart des fissures créés pendant le procédé de fabrication sont :

- Les microfissures générées dans le faisceau des fibres à cause des contraintes thermiques résiduelles,
- Les microfissures induites par une imprégnation imparfaite de l'aluminium en fusion dans le faisceau des fibres.

Et pour le polyamide 66, ils ont rapporté que le mécanisme de rupture comporte trois étapes ;

- 1) Initiation des fissures à l'extrémité des fibres,
- 2) Propagation des fissures interfaciales le long des parois des fibres,
- 3) Propagation des fissures dans la matrice qui va créer la rupture finale.

Sur le faciès de rupture, la plupart des fibres sont déchaussées mais n'ont pas cassé.

La grande variété des mécanismes implique qu'il est difficile d'identifier chaque mécanisme lorsqu'on observe un faciès de rupture [98]. Horst [99] a étudié la tenue en fatigue du polyamide 66 fibres de verre, son étude permet de définir les points suivants:

- En observant la rupture, la partie la plus endommagée est à l'extrémité des fibres ou bien dans les zones où les concentrations de contrainte sont les plus élevées. Dans ces zones, les extrémités sont en grande partie, faiblement liées à la matrice car l'agent de couplage qui assure la cohésion fibre/matrice est peu présent. Rappelons que certaines fibres ont été cassées pendant l'injection des éprouvettes.
- Les cavités à l'extrémité des fibres, se propagent le long des parois de la fibre. Ces cavités sont la raison pour laquelle une décohésion progressive est observée entre la fibre et la matrice ; cela va réduire fortement le rôle du renfort.
- La croissance de ces cavités va créer des tensions internes. Ces tensions peuvent favoriser la formation de nouvelles cavités et de nouveaux domaines de décohésion fibre/matrice. Ensuite les cavités vont grandir dans la direction principale de sollicitation et finalement coalescer.
- La décohésion par cisaillement peut être possible quand l'orientation des fibres suit la direction de chargement. En raison de la décohésion, les contraintes locales supportées par la matrice augmentent, le chargement supporté par la fibre est plus faible et la matrice va avoir tendance à se déformer.

Avant d'interpréter les résultats d'essais discontinus, il faut d'abord présenter les deux grandes théories de la rupture ;

2.5.3.1. Théories Physiques

Pendant la période d'amorçage, la fatigue induit l'accumulation des micro-accidents par exemple des défauts conformationnels selon Robertson [100]. La rupture intervient lorsque ces micro-défauts atteignent une concentration critique.

Ces micros accident sont des défauts thermo-réversibles selon Perez [69]. Ils ont une énergie particulièrement élevée. Ils sont dans un état de non-équilibre.

La nature réversible de ces défauts exige de réaliser des essais discontinus et d'étudier l'influence du temps de repos (relaxation) sur la durée de vie du matériau.

Une diminution de la concentration des micro-accidents avec le temps de repos a pour conséquences une augmentation de la durée de vie en fatigue.

2.5.3.2. Théories Mécanochimiques

En raison des concentrations de contrainte sur des chaînes en extension maximale, les chaînes vont se couper et des macroradicaux se former. Ensuite, la propagation d'une réaction radicalaire en chaîne va induire des ruptures sur les chaînes voisines. La formation de ces microdomaines dégradés constitue des submicrodéfauts et la coalescence de ces submicrodéfauts entraînent la rupture [101,68].

2.5.3.3. Fractographie

L'analyse microscopique des faciès de rupture permet d'observer certains endommagements au sein d'un matériau composite. Karger-kocsis [102] et Runt [103] ont suggéré que la couche amorphe intermédiaire entre les sphérolites et lamelles cristallines qui détermine la déformabilité d'une morphologie donnée, peut considérablement influencer le comportement FCP.

D'après Horst et Spoormaker [42], on distingue deux différentes zones sur les faciès de rupture de fatigue d'un polyamide 6 renforcé à 30% de fibres de verre. La première est une zone micro ductile (très déformée) avec des fissures et la seconde zone est micro fragile étant donné la rapidité de la rupture finale. Ils ont rapporté dans les essais de traction statique à température ambiante que la zone ductile est peu présente et que la majeure partie de la rupture est fragile. On observe partiellement des fragments de matrice de l'épaisseur du micron sur la paroi des fibres déchaussées. Dans le cas de la matrice polyamide 66 seule, l'apparence des faciès de rupture en fatigue dépend ; du pourcentage d'humidité relative, de la température d'essai et de

l'influence du facteur d'intensité de la contrainte (ΔK) sur les zones viscoélastiques du polymère [104].

2.6. Quelques modèles existants

La première équation d'endommagement en fatigue est une loi linéaire proposée par M.A. Miner [105] en 1945 ;

$$D = \sum \frac{n_i}{N_{ri}} \quad (21)$$

Où D représente l'endommagement, n_i est le cycle appliqué N_{ri} est le nombre de cycle considéré à la rupture sous i ème amplitudes de chargement constantes. Lorsque le $D=1$, le matériau est complètement endommagé. Cette loi n'est pas applicable pour détecter l'endommagement en fatigue pendant un essai qui a un niveau d'amplitude inférieure à la limite d'endurance. Elle ne tient pas compte du niveau d'endommagement par cycle donc il n'est pas cumulé.

Des essais interrompus de fatigue en traction ondulée à différents niveaux de cyclage et l'analyse micrographique ont été réalisés à la fréquence de 5 Hz pour qualifier et quantifier l'endommagement à l'échelle microstructurale, pour mettre en évidence l'amorçage au niveau des interfaces fibre/matrice [106].

L'effet de l'orientation des fibres dans la matrice, et l'effet de distribution de longueur des fibres ont été étudiés [3].

Bowyer et Bader [107] ont proposé un modèle d'endommagement pour obtenir les propriétés de résistance à la rupture en traction de composites sur la base de la distribution de longueurs de fibres et un certain nombre de paramètres macro et micromécaniques. Ceux-ci peuvent être facilement déduits de la courbe contrainte-déformation obtenue par les essais de traction [108].

$$\sigma_c = C \left[\sum \frac{V_i}{2r} + \sum E_f \varepsilon_c \left(1 - \frac{E_f \varepsilon_c r}{L_j \tau}\right) V_j \right] + E_m \varepsilon_c (1 - V_f) \quad (22)$$

Où σ_c est la contrainte dans le composite ; le facteur d'orientation C et la résistance au cisaillement interlaminaire τ peuvent être déterminés à partir de la courbe de traction ; la distribution des longueurs des fibres est divisée en plusieurs sous-fractions ; les sous-fractions sous-critiques sont notées L_i et leur fraction volumique V_i ; les sous-fractions sur-critiques sont

notées L_j et leur fraction volumique V_j ; r est le rayon des fibres, E_f le module d'élasticité des fibres, ε_c est la déformation du composite, E_m est le module d'élasticité de la matrice et V_f est la fraction volumique des fibres.

E. J. Kramer [109] et R. Schirrer [91] ont largement étudié la propagation et l'amorçage des craquelures dans les polymères. Ils ont présenté un modèle qui décrit la température, l'amplitude de la déformation et la masse molaire dépendant des fissurations.

D. Amore et G. Caprino [110] ont présenté un modèle pour prédire la diminution de résistance mécanique d'éprouvettes sous un chargement cyclique en flexion à une fréquence donnée à partir d'un temps $t = 0$:

$$\frac{d\sigma}{dn} = -C_1 n^{-m_1} \quad (23)$$

Où σ est la résistance mécanique résiduelle après n cycles, C_1 et m_1 sont des constantes du matériau et n est le nombre de cycles en fatigue.

Une étude sur la propagation des fissures de fatigue du Polyamide 66 chargé fibre de carbone a été réalisée par Di Benedetto [111]. En appliquant une loi de Paris il a obtenu un coefficient m bien trop élevé. Il a alors pris en compte la contrainte moyenne et l'existence de seuils inférieur et supérieur du facteur de concentration de contraintes et il a proposé une relation du type :

$$\frac{da}{dN} = b \left[K_{\max} (1-R)^c \right]^r = b \left[k_{\max}^{1-c} \Delta K^c \right]^r \quad (24)$$

b , c et r sont des constantes et R le rapport entre la contrainte min et max.

La résistance à la propagation des fissures est supérieure pour une teneur en eau de 2.8% par rapport à une teneur de 8%.

Des analyses fractographiques ont révélé que les fibres orientées perpendiculairement à la direction de chargement étaient les premiers sites d'endommagement. Cependant, dans le cas d'une adhésion inter faciale forte, la décohésion à l'interface n'est pas importante, par contre la matrice subit des étirages dans la direction perpendiculaire aux fibres.

Epaarachchi et Clausen [112] ont proposé un modèle pour prédire le comportement en Traction-Traction des matériaux composites à matrice organique. Ce modèle a été validé pour les composites différant par la nature de la matrice : polyester, époxy et polypropylène.

$$\left(\frac{\sigma_u}{\sigma_{\max}} - 1 \right) \left(\frac{\sigma_u}{\sigma_{\max}} \right)^{0.6 - \psi |\sin \theta|} \frac{1}{(1 - \psi')^{1.6 - \psi |\sin \theta|}} f^\beta = \alpha (N^\beta - 1) \quad (25)$$

Où σ_u est la contrainte à la rupture, σ_{\max} est la contrainte maximale, $\psi = R$ (rapport de contrainte min/contraint max) et $-\infty < R < 1$ en Traction-Traction, θ est l'angle le plus petit entre la fibre et la direction du chargement et β est constante du matériau. Par contre, ce modèle n'a pas été validé pour une sollicitation en compression-compression.

Kommers [113] a indiqué que la réduction à la résistante d'endurance pourra être utilisée pour mesurer l'endommagement dans le matériau.

2.7. Méthodes pour mesurer l'endommagement

De nombreuses méthodes pour observer l'endommagement en fatigue sont rapportées dans la littérature. Le choix de la méthode dépend de nombreux paramètres comme le type de matériaux, la nature de la charge, la géométrie, le coût et la rapidité de la méthode etc....Entre autres parce que l'échelle de la fissuration varie pour chaque type de matériau.

Citons par exemple, l'imagerie par microscopie infra rouge EMIR (Electro Magnetic InfraRed Microscopy) [114] pour mesurer l'endommagement au sein d'un composite graphite/époxy.

Les ultrasons [115] et l'émission acoustique [116] ont été utilisés pour localiser les microvides dans des époxy renforcés par des fibres de carbone. Schilling et al. [117] ont employé les rayons X pour mesurer l'endommagement dans des composites renforcés par des fibres de verre ou de carbone.

La variation d'une propriété mécanique, par exemple une baisse de raideur permet également de caractériser l'endommagement dans un composite à matrice organique [118].

Certaines méthodes sont qualitatives, d'autres sont quantitatives mais aucune n'est parfaite. Nous nous sommes plutôt intéressés aux méthodes quantitatives. Choisir une méthode quantitative dans le cas du Polyamide 66 renforcé à 30% fibres de verre courte est très compliqué parce que les méthodes utilisées pour la matrice isolée et pour le composite sont différentes.

Malgré les nombreuses études réalisées dans le domaine de la fatigue des composites, beaucoup de questions sont encore en suspens:

- Quel est la nature du phénomène physique de la zone 1 et quelle est l'influence de cette zone sur la durée de vie ?
- Quel est le mécanisme de formation des micro-défauts?
- Pourquoi dans la zone 2 (même vers la fin de cette zone) les propriétés du polymère ne sont pas modifiées de façon significative ?
- Comment peut-on étudier de façon efficace le phénomène d'amorçage ?
- A quel moment peut-on considérer que l'amorçage est terminé et la propagation est commencée ? quel est le critère de choix de cette frontière entre les deux phénomènes ?
- Comment peut-on étudier de façon fine l'auto-échauffement lors d'une sollicitation cyclique ? Quelle est la conséquence de ce phénomène sur la durée de vie ?
- Quels sont les effets des paramètres liés à la sollicitation (l'amplitude de déformation et la fréquence de sollicitation) sur le comportement du matériau ?
- Quelles sont les influences de la température et de l'humidité du milieu ?
- Dans le cas du PA66/FV, quelles sont les rôles des différents paramètres liés à la nature, les dimensions et l'orientation des fibres sur la durée de vie ?...

Chapitre 3

3. Matériaux et méthodes expérimentales

3.1. Matériaux d'étude préliminaire

- Polypropylène

Le polypropylène appartient à la gamme Appryl® fabriqué par Arkema, il est ductile dans les conditions usuelles de traction à température ambiante. Il est recyclable facilement avec une température de fusion de 170 °C, son module d'Young est d'environ 1200 MPa.

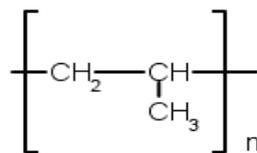


Figure 14 : Polypropylène (PP)

- Polycarbonate

Le polycarbonate utilisé est le Makrolon® produit par Bayer, il est ductile à température ambiante et déformable plastiquement avant que ne survienne la rupture.

Il possède une température de transition vitreuse T_g de 150°C, son module d'Young est d'environ 2400 MPa.

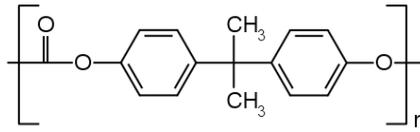


Figure 15 : Polycarbonate (PC)

- Polystyrène

Le polystyrène utilisé est un polystyrène cristal 1160 produit par Total. A température ambiante, ce matériau est fragile. Si on dépasse une déformation de 3% il casse brutalement. Il possède une température de transition vitreuse de 100°C et présente une transition β (T_β , apparition de mouvements locaux) à 85°C, les deux températures de transition sont très proches. Son module d'Young est de 3250 MPa.

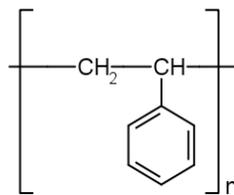


Figure 16 : Polystyrène (PS)

3.2. Matériaux d'étude

- Polyamide 66

Le polyamide 66 et son composite sont respectivement : le Technyl® A218 et le A218 V30 produits par Rhodia France.

La température de fusion est comprise entre 260-280 (°C), il est connu pour une résistance mécanique élevée, y compris à basse température, une bonne stabilité dimensionnelle y compris à température élevée et une bonne rigidité ($E \approx 2200 \text{ MPa}$).

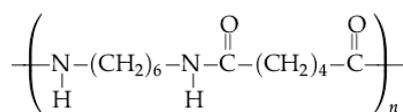


Figure 17 : Polyamide 66 (PA 66)

3.3. Injection des éprouvettes

Les éprouvettes sont injectées avec la presse à injecter du laboratoire DKCODIM 410(cm3) 175(Ton) dans un moule aux dimensions finales des éprouvettes AFNOR NF T 51-034. Cela permet d'obtenir des éprouvettes ne nécessitant aucun usinage supplémentaire. Avant injection, le polystyrène est séché à 70°C pendant 4 heures, le polycarbonate, le polyamide et son composite, sont séchés sous vide pendant 12 heures à 80°C. Les conditions d'injection sont issues des documents techniques fournis par les producteurs de matière et présentées dans le Tableau 1.

	Température Matière (°C)	Pression de Maintien (bar)	Température moule (°C)
PC	278	1100	90
PP	190	500	40
PS	270	800	50
PA	285	700	80
PA/fibres de verre (30%)	290	1000	80

Tableau 1 : Paramètres d'injection des polymères utilisés

Le type des éprouvettes utilisées est défini par la norme AFNOR NF T 51-034 pour les essais de traction. L'épaisseur varie de 3.94 à 3.98 mm au lieu de 4 mm valeur de la norme (**Figure 18**).

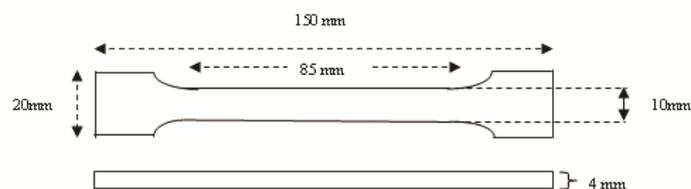


Figure 18 : Géométrie de l'éprouvette

L'observation au microscope optique montre que dans le cas du PA66/FV les fibres sont majoritairement orientées dans la direction d'injection, y compris au cœur de l'éprouvette.

Les échantillons ont été caractérisés par des mesures physico chimiques (densité, températures de transition, taux de cristallinité, taux de fibres) et mécaniques, essais de flexion.

3.4. Caractérisations physico-chimiques

3.4.1. Mesure de densité

Pour cet essai, il faut mesurer la masse de l'échantillon dans l'air et dans l'eau (ou l'hexane) avec une balance analytique METTLER A 200 de précision relative 10^{-4} . Le choix de l'eau ou de l'hexane dépend de la densité de notre matériau. Pour le PP et le PS, l'eau est remplacée par l'hexane. La densité est égale à ;

$$\rho = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \times \rho_{eau T^{\circ}mesure} \quad (26)$$

Où m_{air} et m_{eau} sont les masses de l'échantillon dans l'air ou dans l'eau, ρ_{eau} la densité de l'eau à la température de mesure. La moyenne et l'écart type sont calculés sur 7 échantillons. Les valeurs sont rapportées dans le Tableau 2.

	PC	PS	PP	PA66	PA66/verre
ρ (kg/m ³)	1197 ± 20	1166 ± 20	918 ± 2	1131 ± 3	1377 ± 53
T _g (°C)	148	100	-10	39	-
T _f (°C)	-	-	160	262 ± 1	264 ± 1
x _c (%)	-	-	48	38 ± 3	35 ± 4
τ_f (%)	-	-	-	-	30.7 ± 0.05

Tableau 2 : Résultats de caractérisation pour les différents polymères

3.4.2. Analyse thermique DSC (Differential Scanning Calorimetry)

L'appareil utilisé est la DSC de NETZSCH Q1000. Des essais de calorimétrie différentielle ont été effectués dans le but de déterminer la température de transition vitreuse (T_g), température de fusion (T_f), la variation d'enthalpie de fusion (ΔH_f) qui permet de calculer le taux de cristallinité (x_c). Une rampe en température de 5°C/min est appliquée entre -50°C et 350°C pour le polyamide 66 et son composite. Le taux de cristallinité est calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H}{\Delta H_c} \quad (27)$$

Où ΔH et ΔH_c sont respectivement l'enthalpie de fusion par unité de masse de l'échantillon semi cristallin et du polymère 100% cristallin.

L'enthalpie de fusion du Polyamide 66 100% cristallin est égale à 192 J/g et celle du polypropylène 165 J/g [119].

Les essais ont été effectués sur 5 éprouvettes de composite PA66/FV non sollicitées et les éprouvette sollicitées à 300 000 cycles et à 500 000 cycles ; et sur 5 éprouvettes de PA66 sollicitées à 350 000 cycles.

Un exemple de thermogramme est présenté sur la Figure 19 et les résultats des matériaux non sollicités sont résumés dans le Tableau 2.

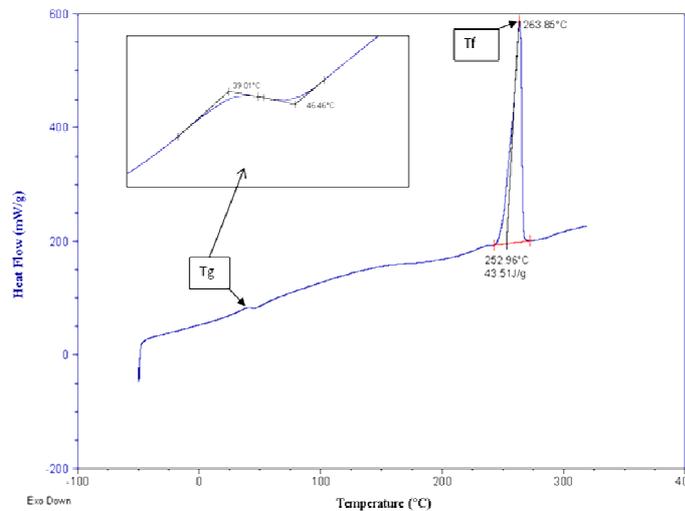


Figure 19 : Un test de DSC pour une éprouvette non sollicitée

3.4.3. Pyrolyse

Le taux de fibres est déterminé par pyrolyse à 500°C pendant 3 heures, 6 échantillons sont prélevés au hasard. Le taux de fibres τ_f est égal à ;

$$\tau_f (\%) = \frac{m_f}{m_0} \times 100 \quad (28)$$

La longueur et le diamètre moyen des fibres sont mesurés au microscope optique (Olympus BH-2) (Figure 20). La longueur des fibres est égale à $203 \pm 12 \mu\text{m}$ et le diamètre $30 \pm 1 \mu\text{m}$.



Figure 20 : Observation des diamètres et longueurs des fibres par microscope optique après la pyrolyse

3.4.4. Dilatométrie

Le coefficient de dilatation a été mesuré car cette valeur est nécessaire pour calculer le volume libre de ce matériau. Une rampe de température $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ - ($-50\text{ }^{\circ}\text{C}$) est effectuée à la vitesse de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ par minute (Figure 21).

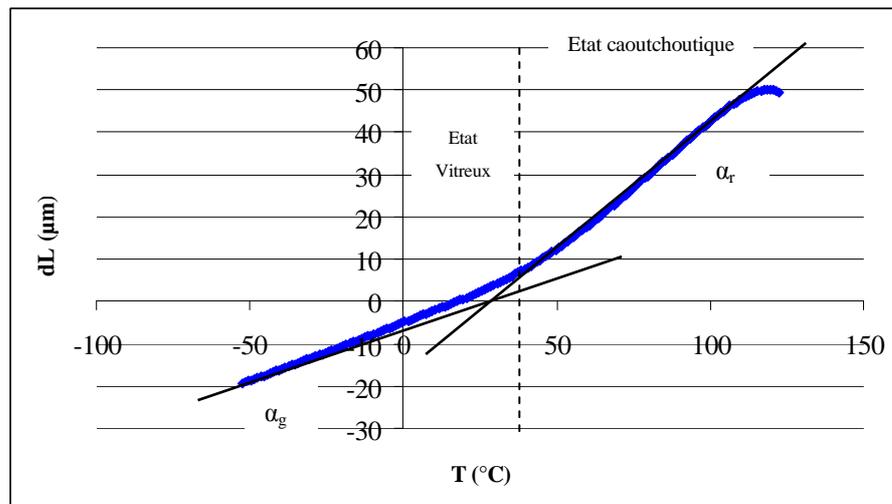


Figure 21 : Courbe de dilatométrie

Les coefficients de dilatation linéaires déterminés à partir de cette courbe sont $\alpha_g = 70 \cdot 10^{-6}$ et $\alpha_r = 150 \cdot 10^{-6}$, d'où un coefficient dilatation égal à $2,1 \cdot 10^{-4}$ à l'état vitreux et $4,5 \cdot 10^{-4}$ à l'état caoutchoutique, un $\Delta\alpha$ égal à $2,4 \cdot 10^{-4}$, au lieu de la valeur de $4,8 \cdot 10^{-4}$ généralement considérée pour la majorité des polymères [120].

3.4.5. Calcul du volume libre

Le modèle de calcul du volume libre rendant le mieux compte des résultats expérimentaux est fondé sur la relation de Doolittle, conduisant à l'équation de William-Landel-Ferry (WLF).

Selon Doolittle [121], on a la relation :

$$\eta = Ae^{\frac{B}{f}} \quad (29)$$

Avec f fraction volume libre et η la viscosité.

On cherche à établir une relation entre f et T , il faut pour cela utiliser un modèle de dilatation linéaire (Figure 22), selon lequel on peut exprimer l'excès de volume Δv à T donnée :

$$\Delta v = \Delta v_g + (\alpha_r - \alpha_g)v(T - T_g) \quad (30)$$

On calcule ensuite que la fraction de volume libre selon la relation (31);

$$f = \frac{\Delta v}{v} = f_g + (\alpha_r - \alpha_g)(T - T_g) \quad (31)$$

d'où :

$$\eta(T) = Ae^{\frac{B}{f_g + \Delta\alpha(T - T_g)}} \text{ et } \eta(T_g) = Ae^{\frac{B}{f_g}} \quad (32)$$

et :

$$Ln \frac{\eta(T)}{\eta(T_g)} = -\frac{C_1(T - T_g)}{C_2 + (T - T_g)} \quad [122] \quad (33)$$

D'où : $C_1 = \frac{B}{f_g}$ et $C_2 = \frac{f_g}{\Delta\alpha}$

En prenant T_g comme température de référence, les valeurs communément utilisées pour $\Delta\alpha$, les constantes C_1 et C_2 sont respectivement : $\Delta\alpha = 4,8 \cdot 10^{-4}$, $C_1 = 17,4$ et $C_2 = 51,6K$ [120]. Le même auteur met en garde le lecteur contre l'utilisation de ces valeurs qui en toute rigueur ne peuvent pas être considérées comme indépendantes de la structure des polymères. Nous les avons utilisées comme un outil pour définir le paramètre B .

A partir de là, on calcule donc :

$$f_g = 51,6 \times 2,4 \times 10^{-4} = 0,012 \quad (34)$$

et on en déduit

$$B = 17,4 \times 2,303 \times 0,012 = 0,4 \quad (35)$$

Cette valeur de B nous resservira pour tous les calculs du volume libre.

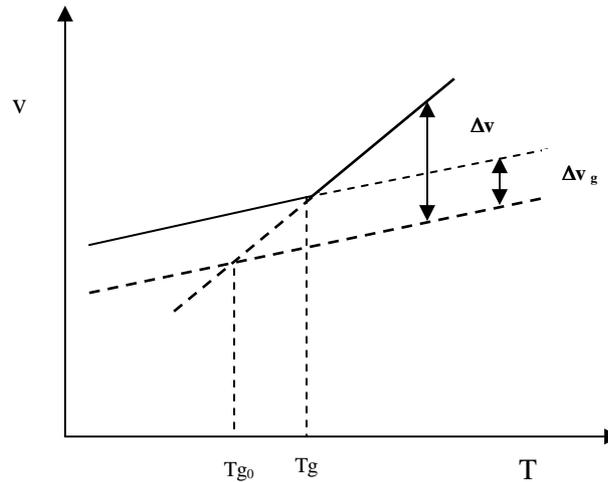


Figure 22 : Variation du volume spécifique v avec la température T

3.5. Caractérisation de sorption

Le polyamide 66 est un matériau polaire et il absorbe beaucoup d'humidité. Donc il est important de connaître le comportement du matériau sous diverses conditions d'humidité, et déterminer le coefficient de diffusion des éprouvettes pour chaque environnement.

Pour cela, d'abord 3 enceintes sont utilisées:

- Une à 93% d'humidité (conditions atmosphériques saturées)
- Une à 75% d'humidité (obtenue grâce à l'utilisation d'eau saturée par NaCl)
- Une à 45% d'humidité (obtenue grâce à l'utilisation d'eau saturée par carbonate de potassium)

Au préalable, les éprouvettes (ou morceaux d'éprouvettes) sont séchées sous vide à 70°C. La masse est relevée avant séchage (m_0) et pendant séchage (m_t) afin de déterminer à quel moment elle atteint une valeur stable. Pour cela, il faut tracer la courbe d'évolution de la masse en fonction du temps, et ce, pour les 14 éprouvettes prévues à cet effet (Figure 23):

$$\Delta m = (m_t - m_0) \times \frac{100}{M_0} \quad (36)$$

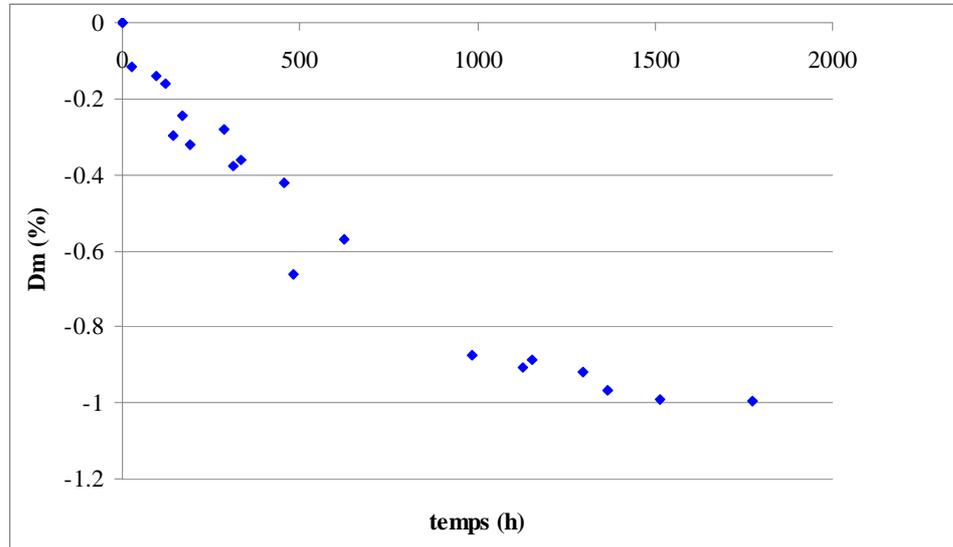


Figure 23 : Evolution de la masse en fonction du temps

Une fois la stabilité atteinte, les éprouvettes seront déposées dans les différentes enceintes, et la masse sera à nouveau contrôlée tout au long de la manipulation. Ensuite, la courbe d'évolution de Δm en fonction de la racine de t , a été tracée. Une fois la stabilité atteinte, et la pente de cette courbe sera utilisée pour calculer le coefficient de diffusion;

$$D = \pi \times e^2 \times \frac{\left(\frac{\Delta m}{x_m}\right)^2}{16 \times t} = \pi \times e^2 \times \left(\frac{1}{x_m}\right)^2 \times \frac{pente^2}{16} \quad (37)$$

Avec e l'épaisseur des éprouvettes, x_m le Δm limite atteint et la pente = $\frac{x_t}{\sqrt{t}}$.

3.6. Caractérisations mécaniques

3.6.1. Essais statiques

Les essais statiques permettent de connaître la valeur du module d'élasticité, la contrainte à la rupture et la déformation maximale etc...

3.6.1.1. Flexion 3 points

Nous avons utilisé la machine INSTRON 4502 pilotée par ordinateur, équipée d'une cellule de force de 10 kN, pour caractériser les polymères utilisés. Un déplacement de 2 mm/min est appliqué sur un barreau de 70*10*4 mm à la température de 23°C et un taux d'humidité relative de 50% ; la distance entre appuis est égale à 60mm. L'essai de flexion permet de déterminer le module de flexion, la contrainte au seuil et la contrainte à la rupture (Figure 24).

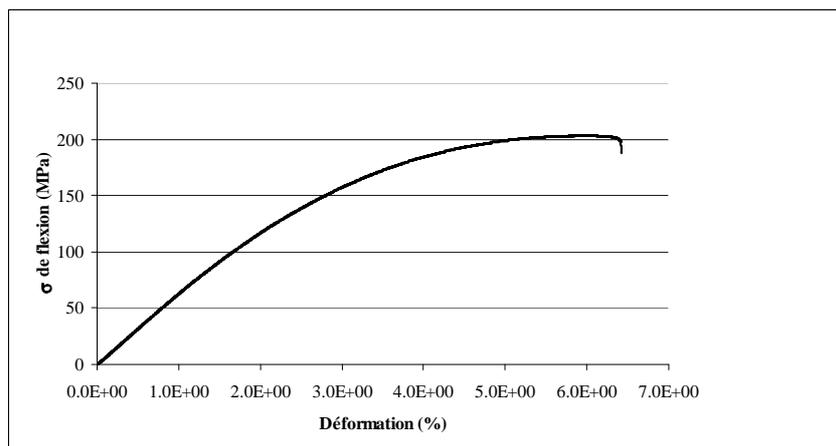


Figure 24 : Courbe contrainte-déformation en flexion 3 points, 23 °C et 50 % HR

Le module d'élasticité et la contrainte à la rupture sont calculés par les relations ci-dessous:

$$E = \left(\frac{D^3}{4bh^3} \right) \left(\frac{F}{\gamma} \right), \quad \sigma_r = \frac{3FD}{2bh^2} \quad (38)$$

Où E est le module d'élasticité, F est la charge pour un point choisi sur la partie linéaire initiale de la courbe charge-flèche, γ est la flèche correspondant à la charge F . D est la distance entre appuis (60mm), b est la largeur du barreau et h est l'épaisseur.

Le Tableau 3 rassemble les valeurs moyennes et l'écart-type de ces 2 paramètres.

	PC	PS	PP	PA66	PA66/verre
E (MPa)	2129 ± 55	3207 ± 20	918 ± 2	2100 ± 73	7654 ± 61
σ_y (MPa)	87	-	32 ± 4	88 ± 2	204 ± 2
σ_R (MPa)	85 ± 4	94	31 ± 4	-	198 ± 2

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques en flexion 3 points

3.6.1.2. Traction

Les essais ont été effectués à l'aide de la machine INSTRON 4502 sur les éprouvettes AFNOR à une vitesse de déplacement fixée, 50 mm/min pour la matrice polyamide 66 et 2 mm/min pour le composite, PA 66/FV. La cellule de force est de 10 kN. Les essais de traction permettent de tracer la courbe contrainte-déformation.

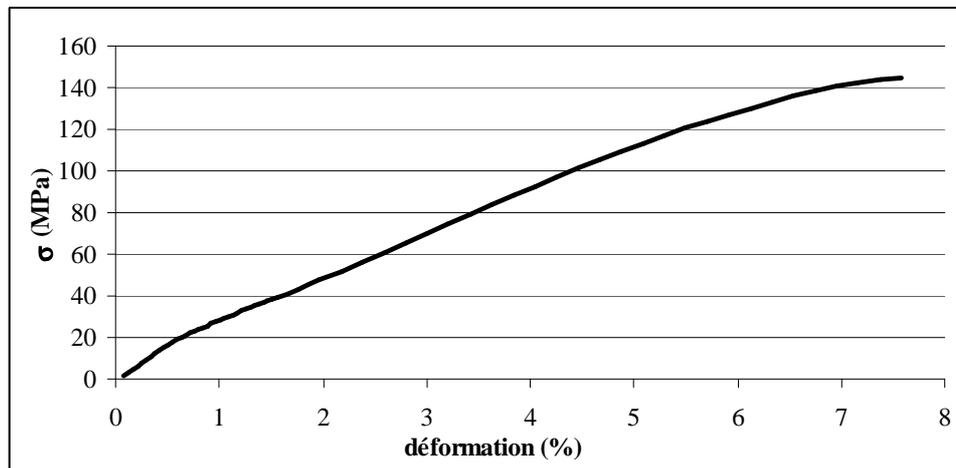


Figure 25 : Courbe de traction pour le polyamide 66 renforcé en fibres de verre

La pente de cette courbe va nous donner le module d'Young et on peut déterminer la contrainte au seuil et la contrainte à la rupture et la déformation maximale de notre matériau. Les résultats sont rapportés dans le Tableau 4.

	E (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
PA66	1800 \pm 100	48	200
PA 66 (FV)	2040 \pm 185	160 \pm 10	6 \pm 1

Tableau 4 : Caractéristiques mécaniques en traction

3.6.2. Essais dynamiques, spectroscopie mécanique (DMTA)

Un comportement viscoélastique à une sollicitation donnée va permettre de rendre compte de l'influence du temps dans la réponse du matériau. Lorsqu'un polymère est soumis à une sollicitation répétée, un décalage entre la déformation (sollicitation) et la contrainte (réponse du matériau) est mesuré. L'angle de déphasage δ provient du comportement viscoélastique. Si on émet l'hypothèse que la déformation et donc la contrainte varient sinusoïdalement dans le temps:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \sin \omega t = \varepsilon_0 \cdot e^{i\omega t} \quad (\text{I}) \quad (39)$$

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \sin(\omega t + \delta) = \sigma_0 \cdot e^{i(\omega t + \delta)} \quad (\text{II})$$

Où ω est la fréquence angulaire. À partir des équations I et II on pourra écrire l'expression du module complexe E^* ,

$$E^* = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\sigma_0 \cdot e^{i(\omega t + \delta)}}{\varepsilon_0 \cdot e^{i\omega t}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\delta} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos \delta + i \sin \delta) = E' + i \cdot E'' \quad (40)$$

et

$$E^* = E' + i E''$$

E' est le module de conservation, représente la partie réelle, soit le module élastique (énergie accumulée sous forme d'énergie potentielle). E'' est le module de perte, il représente la partie imaginaire, soit l'aspect visqueux (caractéristique de la dissipation d'énergie). $\tan \delta$ est le facteur de dissipation ($\tan \delta = \frac{E''}{E'}$).

Il existe plusieurs types de montage pour cet essai. Le montage qu'on a utilisé est la flexion en trois points avec application d'une force statique de 4N (Figure 26).

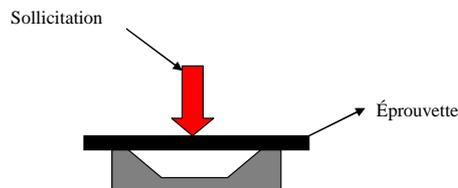


Figure 26 : Le montage de flexion trois points pour un essai DMTA

Pendant l'essai, chaque matériau présente un comportement particulier dépendant du domaine de températures et de la fréquence de sollicitation. Un spectre viscoélastique peut être schématisé comme suit, (Figure 27):

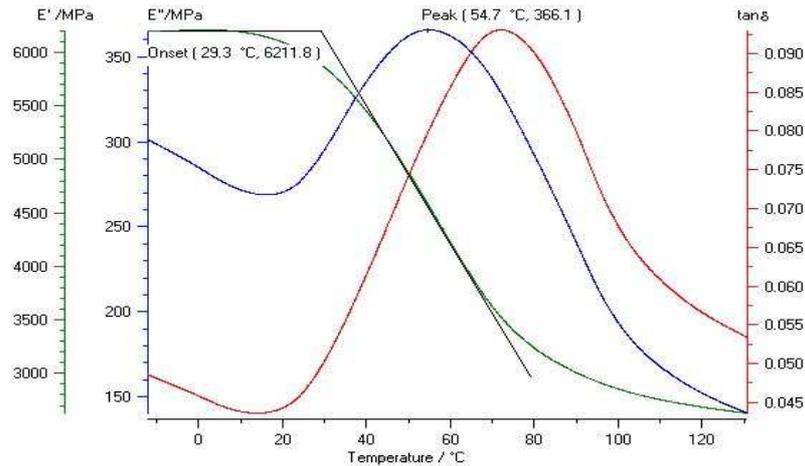


Figure 27 : Essai de spectroscopie mécanique avec flexion sur Polyamide 66/FV non sollicité

Le comportement viscoélastique a été souvent étudié (modèles de Kelvin-Voigt, Maxwell, Zener etc.) permettant d'appréhender par des modèles mécaniques (ressort, amortisseur, etc.) le comportement des polymères [123].

Ces courbes nous donnent l'évolution de E'' et nous permettent de calculer la puissance dissipée à chaque cycle de sollicitation mécanique.

$$P_{dissipée} = -Q = -\frac{1}{2} \omega \varepsilon_0^2 E'' \quad (41)$$

Avec ω la pulsation propre, ε_0 la déformation maximale, E'' le module de perte.

La vitesse d'augmentation de la température peut être calculée par la relation :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\lambda}{\rho C_p} \Delta_T + \frac{Q}{\rho C_p} \quad (42)$$

où λ , est la conductivité thermique, C_p , la capacité calorifique, ρ la masse volumique.

Les essais de spectroscopie mécanique sur des éprouvettes de PA66 et son composite ont été effectués.

Les conditions d'essai sont les suivantes : fréquence de 10Hz, variation de température de -10°C à 160°C avec une vitesse de montée en température de 2°C/min, une force statique de 4N, une amplitude de 30 μm et une force dynamique de 2N. On observe que E'' augmente à partir de 20 °C jusqu'au 55°C et ensuite il diminue.

Les résultats obtenus sont rapportés dans le Tableau 5.

	$E''_{54^{\circ}\text{C}}$ (MPa)	$Tg_{E''}$ ($^{\circ}\text{C}$)
PA66/FV	343	55
PA66	265	60

Tableau 5 : Module de perte et Tg du composite et du PA66

La température de transitions vitreuse a été calculée à partir de la courbe E'' et le module de perte à 54°C a été rapporté.

3.7. Essai de fatigue

Les essais de fatigue sont effectués sous deux types de sollicitation ;

- Flexion Alternée
- Traction-Traction

Ces deux types de sollicitation ont été choisis pour observer le comportement en fatigue dans une direction perpendiculaire aux fibres dans le cas de la flexion alternée et dans une direction parallèle aux fibres dans le cas de la Traction-Traction.

3.7.1. Flexion alternée

Les essais de fatigue sont menés sur une machine de fatigue à rotation d'encastrement qui a été développée à l'ENSAM de Paris [124]. On applique la déformation en flexion alternée

($R = \frac{\varepsilon_{\max}}{\varepsilon_{\min}} = -1$) et fréquence constante ($f = 2 \text{ Hz}, 10\text{Hz}$ et 20 Hz).

A fréquence de 10 Hz il nous faut approximativement 12 à 14 jours pour réaliser un essai de 10^7 cycles pour permettre de déterminer la limite d'endurance.

La rotation de l'arbre d'un moteur électrique est transformée, via un système à rotation conique en un mouvement d'oscillation alternée du berceau. L'éprouvette est fixée au niveau du pied (zone opposée au seuil d'injection) sur ce berceau (encastrement), et repose sur le capteur de force (appui simple).

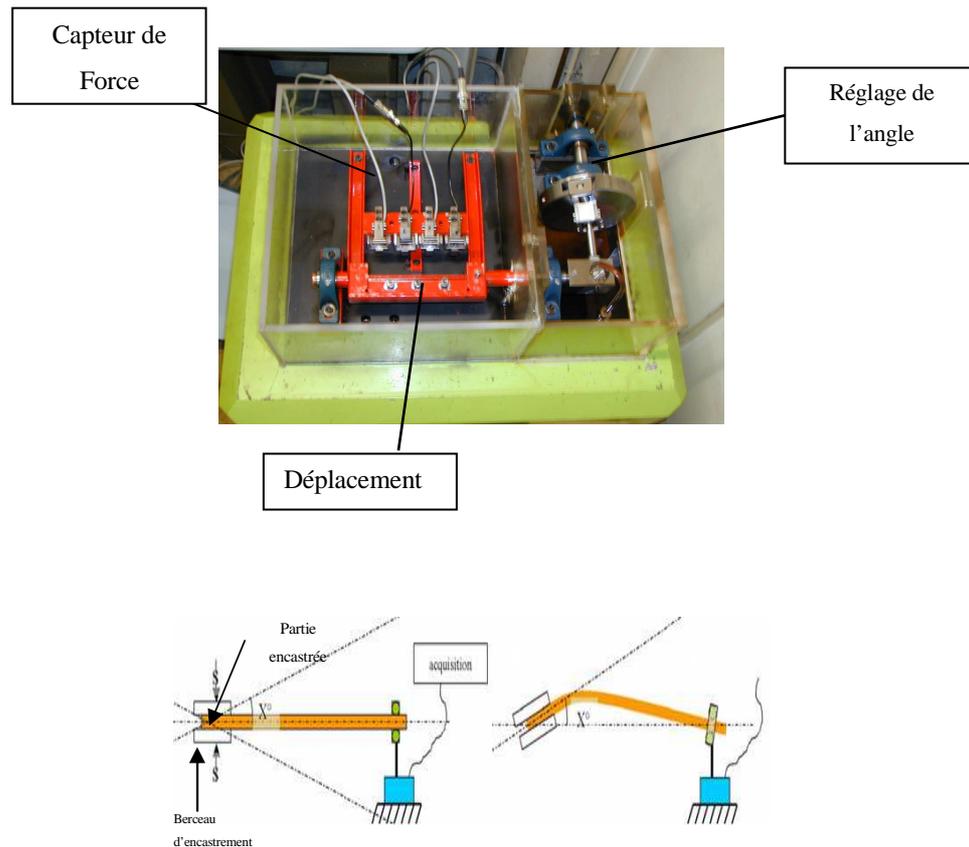


Figure 28 : Banc de flexion alternée

L'essai de fatigue en flexion alternée s'effectue avec un banc d'essai (Figure 28) permettant la mise en place, dans une enceinte fermée et sous hygrométrie contrôlée, de deux éprouvettes haltères.

La sollicitation se fait par rotation de la partie encastrée des éprouvettes, sous un angle réglable à l'aide d'un inclinomètre, l'extrémité est maintenue par des rouleaux cylindriques pivotants, reliés à un capteur.

Le serrage de l'éprouvette sur le berceau est réalisé à l'aide d'une clef dynamométrique (serrage avec un couple constant de 4N.m).

Avec un pont d'extensométrie, nous pouvons calibrer et étalonner le capteur de force.

Enfin un logiciel calcule les deux contraintes extrêmes et enregistre le nombre de cycles correspondants. Les courbes représentent donc l'évolution des contraintes maximales et minimales sous la déformation appliquée qu'on calcule à partir de l'angle imposé par la relation suivante :

$$\varepsilon = 0.073 \tan \left(2\pi \frac{Angle^\circ}{360} \right) \quad (43)$$

La déformation appliquée peut être ajustée en continu.

Il faut noter que les valeurs des contraintes maximales et minimales doivent être les plus proches possibles (en valeur absolue) : pour cela, on doit effectuer un réglage en hauteur du berceau d'encastrement en utilisant des cales de différente épaisseur.

Un essai E.M.S. (Essai Mono- Séquentiel) s'utilise comme un essai de fatigue mené sans interruption de la sollicitation jusqu'à rupture de l'éprouvette.

Les courbes de fatigue sont présentées dans un graphique semi-logarithmique, avec en ordonnée la contrainte (σ) et en abscisse le nombre de cycle ($\log N$).

A partir des courbes de fatigue nous avons pu tracer les courbes de Wöhler pour chaque matériau. Pour le Polypropylène, le Polycarbonate et le Polystyrène on a regroupé nos résultats avec les résultats obtenus en 1996. Ce sont les mêmes polymères élaborés dans des conditions de mis en œuvre identiques.

3.7.1.1. Essais interrompus en flexion alternée

Lors d'un essai de fatigue les défauts s'accroissent. Dans le but d'étudier l'amorçage des fissures, des essais interrompus à la fréquence de 10 Hz ont été effectués aux deux déformations de 0,013 et 0,017. Le choix des déformations est effectué en considérant le nombre de cycles à rupture sur la courbe de Wöhler : une déformation correspondant à un nombre moyen de cycles à rupture (~67 000 cycles) et une déformation faible pour observer l'endommagement en fatigue induit par un grand nombre de cycles (~600 000 cycles).

Ces essais ont été effectués à une température de 23°C avec une humidité relative de 50%,
Figure 29.

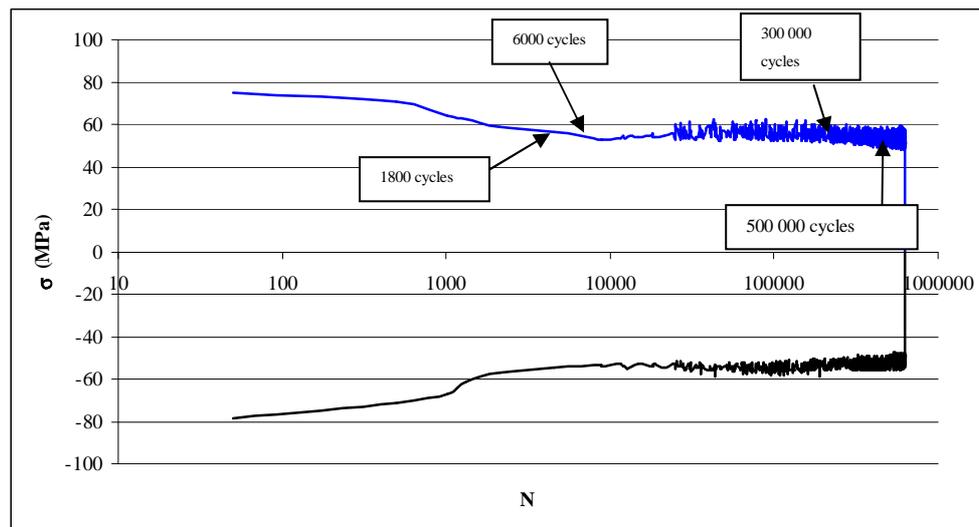


Figure 29 : Essai de fatigue avec une déformation appliquée de 0,013 et un nombre de cycle à rupture de 600 000 cycles

Nous interrompons l'essai pour 1800, 6000, 300 000 et 500 000 cycles ; le choix du nombre de cycles pour lequel on interrompt le test obéit aux raisons suivantes :

- 1800 cycles : avant la chute de la contrainte ;
- 6000 cycles : après la chute de la contrainte et au début de la période de stabilité de la contrainte ;
- 300 000 cycles : fin de la période de stabilité de la contrainte ;
- 500 000 cycles : proximité de la rupture.

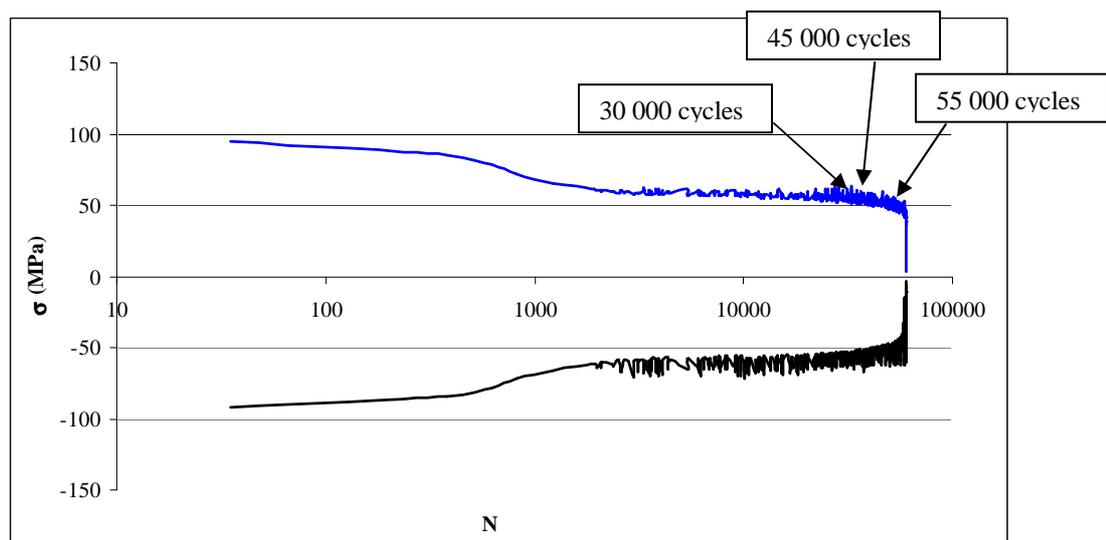


Figure 30 : Essai de fatigue avec une déformation appliquée de 0,017 et un nombre de cycles à rupture de 60 000 cycles

Pour le PA66, le même type de test a été effectué à la fréquence de 10 Hz à une déformation $\epsilon = 0.02$ (rupture à environ 500 000 cycles). Nous avons choisi de faire des interruptions à 350 000 et 420 000 cycles.

A chaque interruption, les éprouvettes sont caractérisées par spectroscopie mécanique (DMTA), calorimétrie différentielle (DSC), essai de flexion 3 points, mesure de densité, observation microscopique (Microscope Optique et Microscope Electronique à Balayage).

L'observation microscopique a pour objectif l'amorçage des fissures ainsi que la mesure des densités de fissures.

3.7.1.2. Essai Poly séquentiel

Dans le cadre de notre travail, nous avons utilisé le principe de la première théorie c'est-à-dire la théorie physique et pour cela des essais discontinus ont été effectués. La description de l'essai discontinu ou polyséquentiel (E. P. S) est la suivante ;

Pendant l'essai, on arrête la sollicitation pendant un certain temps, dit temps de repos et puis on applique à nouveau la sollicitation. Le nombre d'arrêts et la durée des temps de repos peuvent varier (Figure 31).

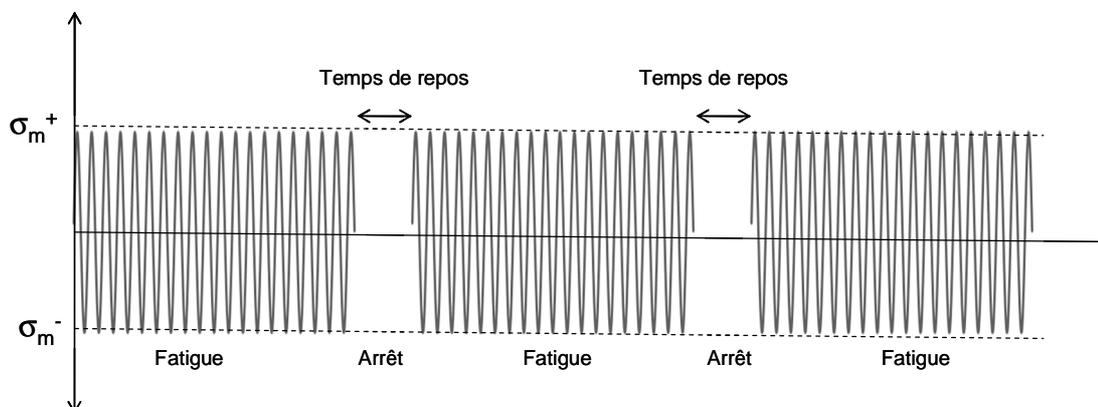


Figure 31 : Essai discontinu en fatigue

3.7.1.3. Observation des fissures en surface en flexion alternée

Pour observer l'amorçage des fissures à la surface des éprouvettes sollicitées en flexion alternée, des essais interrompus ont été effectués. Pour cela, une déformation appliquée de 0,013 a été choisie. Le choix de cette déformation est lié au temps nécessaire pour la

sollicitation et l'observation au microscope. Une zone déterminée précisément dans la région la plus sollicitée a été observée avant et après la sollicitation (Figure 32).

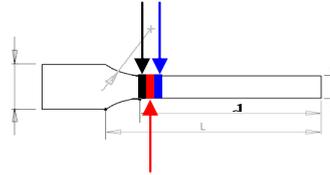


Figure 32: Zones d'observation de déformation maximale

Il est important de choisir la zone la plus sollicitée car les autres zones présentent moins d'intérêt. A l'aide d'une camera infra rouge nous avons suivi la température de la surface.

Les arrêts ont été effectués pour 1000, 5000 et 10 000, 30 000, 45 000 et 60000 cycles. Il faut noter que le nombre de cycles à la rupture pour un essai continu avec cette déformation est environ 60 000 cycles (Figure 33).

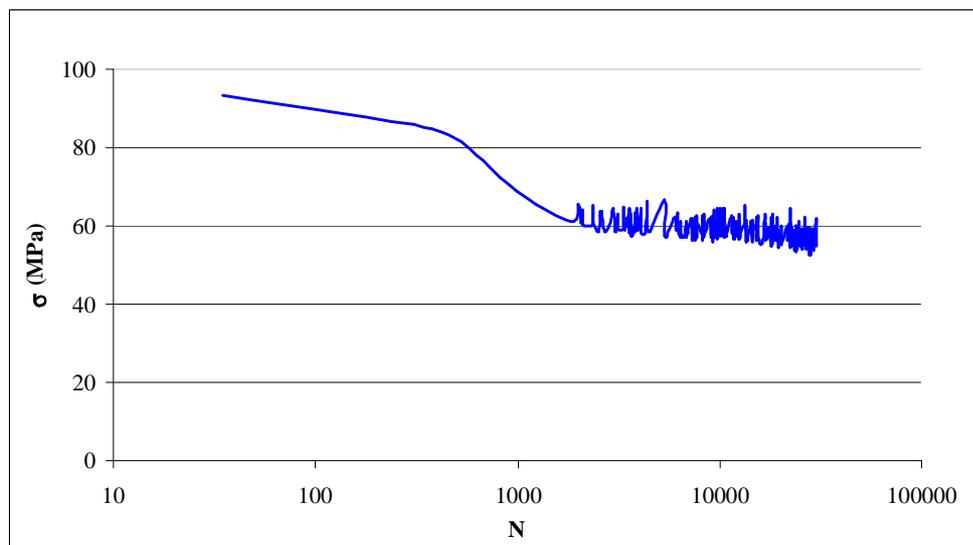


Figure 33: Essai interrompu à 30 000 cycles correspondant au même test par microscope optique,
 $\epsilon = 0,017$, 23°C , 50%HR

Le choix des arrêts est déterminé en fonction des objectifs suivants :

- 1000 cycles : un arrêt au milieu de la chute de la contrainte;
- 5000 cycles : un arrêt juste après de la chute de la contrainte ;
- 10 000 cycles : au début du plateau et stabilisation de la contrainte ;
- 30 000 cycles : au début de la deuxième diminution de la contrainte ;
- 45 000 cycles : au milieu de la deuxième diminution de la contrainte ;

60 000 cycles : à proximité de la rupture.

Afin d'observer correctement l'interface fibres/matrice au microscope optique, nous avons mis en place un processus de polissage.

3.7.2. Traction-Traction

Après avoir réalisé des essais de fatigue en flexion alternée, pour pouvoir comparer l'allure des courbes de Wöhler en fonction de la direction de la sollicitation, nous avons fait des essais de fatigue en traction-traction. La sollicitation est alors appliquée dans la direction des fibres majoritairement orientées dans le sens de l'injection. Ces essais ont été effectués sur la machine M.T.S. 830 (Elastomère test system) avec application d'une force.

La section des éprouvettes reste la même. Pour ce type de tests, on ne doit pas entrer en compression c'est pourquoi il est important de définir une force maximale et l'amplitude de la force appliquée, Figure 34. Après avoir réalisé plusieurs essais, une force minimale égale à 10% de la valeur de la force maximale a été choisie.

La mesure de température est effectuée dans la zone la plus sollicitée de l'éprouvette avec une caméra infrarouge.

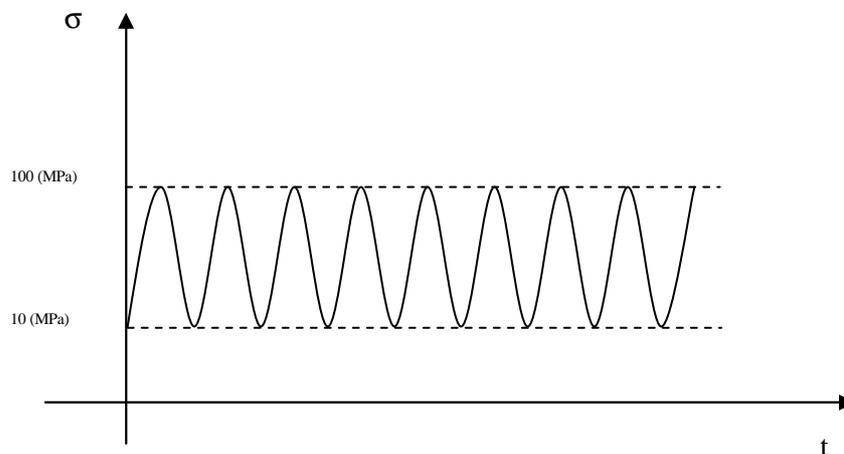


Figure 34 : Essai de Fatigue en traction-traction

3.8. Microscopie

3.8.1. Polissage

Après avoir découpé nos échantillons autour de la zone de rupture, nous avons procédé à l'enrobage. Il s'agit ici de les placer dans un moule en polypropylène et de les enrober avec une

résine acrylique (Poudre Plexcil / Catalyseur Plexcil). Après durcissement de la résine et démoulage, nous passons à l'étape suivante de notre processus, qui est le polissage. Pour ce processus, nous avons utilisé une procédure déjà utilisée au laboratoire, Tableau 6.

Grain	Vitesse (t/min)	F (daN)	Temps (min)
800	250	5	2
1200	250	5	2
2400	250	10	4
4000	250	10	4
OPS	150	1	5

Tableau 6 : Procédure de polissage initiale

3.8.2. Microscope optique

Les observations au microscope optique, OLYMPUS BH2-UMA avec l'aide du logiciel Archimède, ont pour but d'obtenir des photographies présentant les zones situées dans la zone de contraintes maximum des éprouvettes fatiguées en flexion alternée.

La finalité de cette opération est de mesurer l'évolution de la concentration de défauts en fonction du nombre de cycles de sollicitation. Pour obtenir des éléments observables au microscope, il faut découper des pastilles de 500 μm d'épaisseur avec la scie à fil diamantée.

Ce dernier est relié à une interface numérique et le logiciel Archimède permet de visualiser en temps réel l'échantillon sur un écran d'ordinateur (Figure 35).

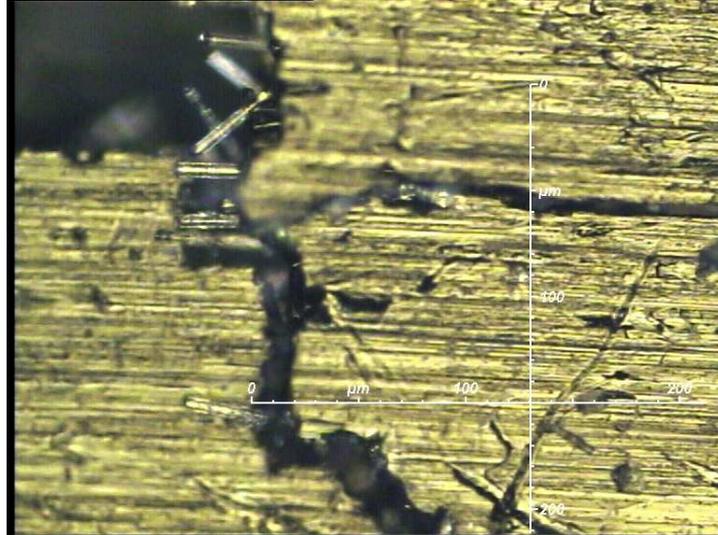


Figure 35 : Surface non-polie d'une éprouvette juste avant la rupture

Nous avons travaillé avec des objectifs de 5, 10, 20 et 50.

3.8.3. Observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

L'observation des faciès de rupture a été réalisée par microscopie électronique à balayage à l'aide d'un appareil HITACHI S-4800, et un potentiel d'accélération de 8 kV. Avec cet appareil nous pouvons avoir un grandissement de 800000 fois (Figure 36). Trois lots d'éprouvettes de composite, sollicitées avec trois déformations différentes ($\epsilon_1 = 0,034$, $N_1 = 333$, $\epsilon_2 = 0,017$, $N_2 = 2,56 \cdot 10^4$, $\epsilon_3 = 0,013$, $N_3 = 6,53 \cdot 10^5$) ont été examinées.

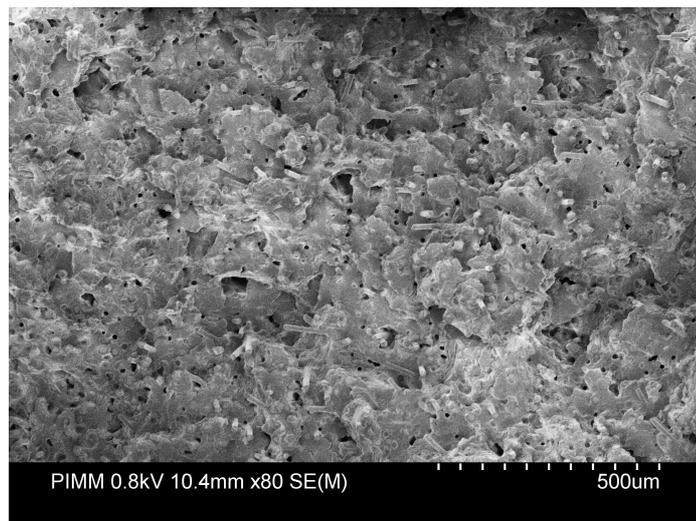


Figure 36 : Faciès de rupture d'un polyamide 66 renforcé aux fibres de verre après la traction

Chapitre 4

4. Rôle de la microstructure

4.1. Morphologie

Dans le but de comprendre l'effet de la microstructure sur le comportement en fatigue des matériaux, nous avons effectué une étude préliminaire en fatigue sur deux matériaux amorphes, Polycarbonate, le Polystyrène et un matériau semi-cristallin, le Polypropylène. Les résultats sont comparés pour pouvoir mieux comprendre le rôle de la morphologie dans le cas de PA66.

4.1.1. Polystyrène, polypropylène et Polycarbonate

Les courbes de Wöhler à la fréquence de 10 Hz, du Polystyrène, du Polypropylène et du Polycarbonate sont représentées en contrainte, Figure 37, et en déformation, Figure 38. Il faut noter que la contrainte sur la courbe de Wöhler en flexion alternée est la valeur de la contrainte moyenne maximale.

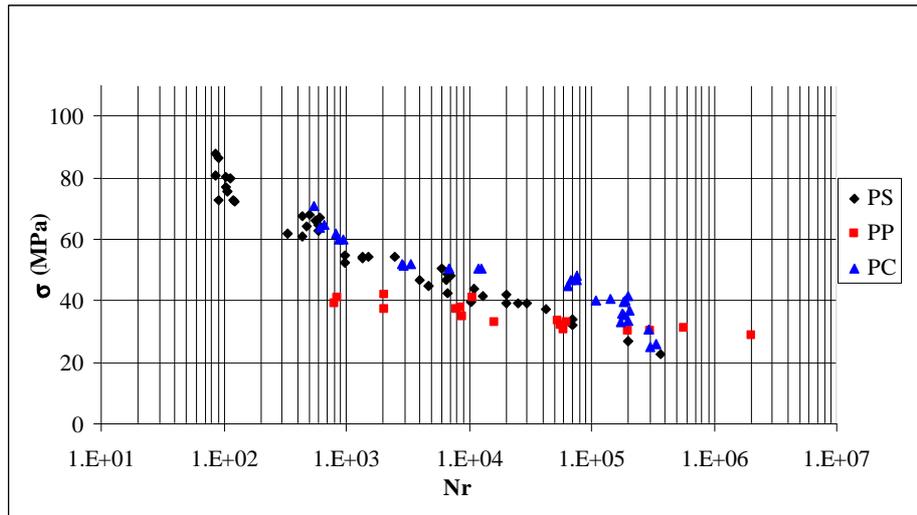


Figure 37 : Courbes de Wöhler de Polystyrène (PS), Polypropylène (PP) et Polycarbonate (PC) à 10 Hz et 23°C.

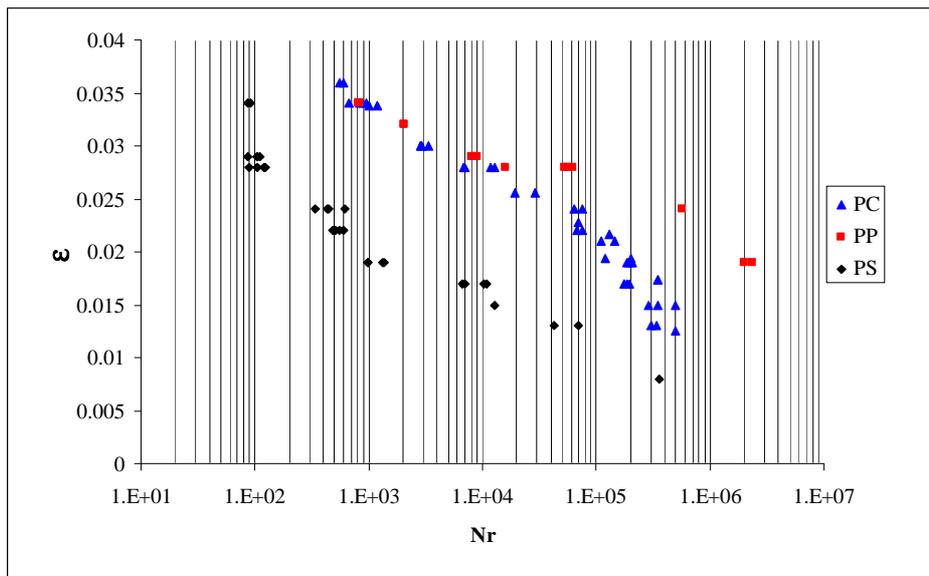


Figure 38 : Déformation appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture à 10 Hz et 23°C

Les courbes des deux polymères amorphes sont différentes car le PS est fragile alors que le PC est ductile. Pour le polystyrène, la limite d'endurance est de 0,3% pour la déformation et de 11 MPa pour la contrainte. Cette limite d'endurance pour le PC est : $\epsilon_{\infty} = 0,5\%$, $\sigma_{\infty} = 13 \text{ MPa}$

La courbe du polycarbonate est semblable à celle du polypropylène mais sa pente est plus forte. On retrouve cet effet au niveau des limites d'endurance ; pour le polypropylène $\epsilon_{\infty} = 1,7\%$, $\sigma_{\infty} = 27 \text{ MPa}$.

La première partie de la courbe correspond à une rupture due à une fatigue thermique, la seconde due à une rupture mécanique.

Il est intéressant de comparer les rapports de la limite d'endurance sur la contrainte au seuil ; La valeur de $\frac{\sigma_{\infty}}{\sigma_y} = 0.2$ est plus faible pour le polycarbonate ($\sigma_y = 87$ MPa) que pour le polypropylène, $\frac{\sigma_{\infty}}{\sigma_y} = 0.7$ ($\sigma_y = 32$ MPa). La meilleure tenue en fatigue du polymère thermoplastique semi-cristallin peut être expliquée par le caractère diphasique du polymère. La présence de la phase cristalline ralentit la propagation des fissures dans un polymère semi-cristallin ; autrement dit un arrêt de propagation de fissures peut se produire à l'interface phase amorphe/phase cristalline ; une partie de l'énergie nécessaire à la propagation de fissures est absorbée par le cisaillement des cristallites. En outre, la phase amorphe du polypropylène est à l'état caoutchoutique pendant les essais de fatigue, ce qui est un élément favorable pour s'opposer à la propagation des fissures.

4.1.2. Polyamide 66

La contrainte induite dans le polyamide 66 est représentée sur la Figure 39 pour 2 déformations appliquées en flexion alternée, $\epsilon_0 = 0,034$ et $\epsilon_0 = 0,019$. Les deux courbes montrent une chute de contrainte qui se produit d'autant plus tôt et qui est d'autant plus forte que la déformation appliquée est plus élevée. Cette chute de contrainte est due à une augmentation de température induite par l'auto-échauffement, cf paragraphe 5.2.

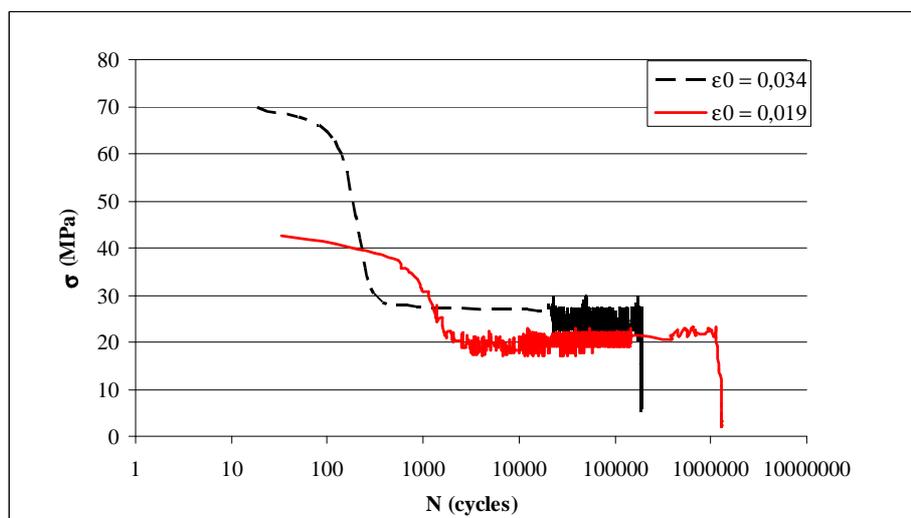


Figure 39 : Variation de la contrainte induite en flexion alternée en fonction du nombre de cycles à rupture selon deux déformations appliquées (0,034 et 0,019) pour le PA 66 à 10 Hz, 23 °C et 50 %HR

La température augmente d'une manière quasi linéaire jusqu'à la rupture avec toutefois une petite accélération correspondant à l'accélération de chute de contrainte (Figure 40).

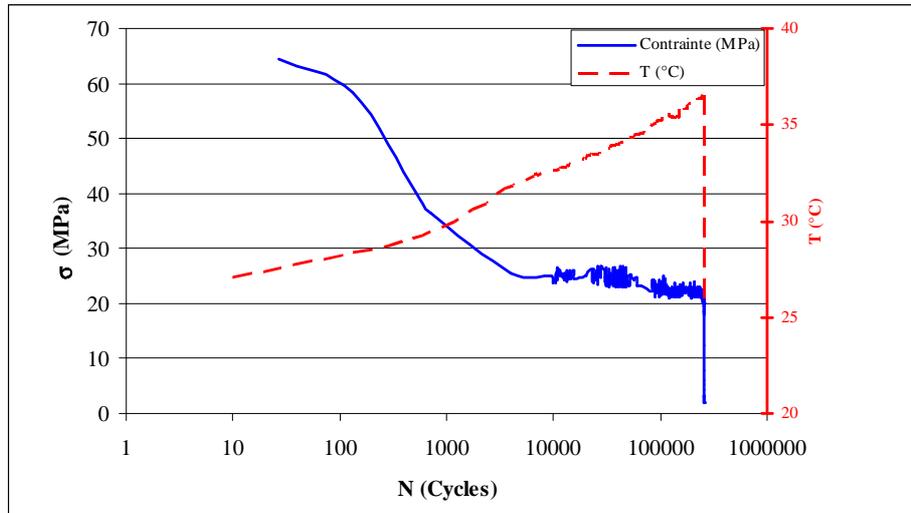


Figure 40 : Variation de la contrainte induite et de la température en fonction du nombre de cycles pour une déformation appliquée de 0,031

Après avoir effectué les essais de fatigue pour le Polyamide 66 à 10 Hz, les courbes représentant la contrainte et la déformation appliquée ont été tracées en fonction du nombre de cycles à la rupture (Figure 41).

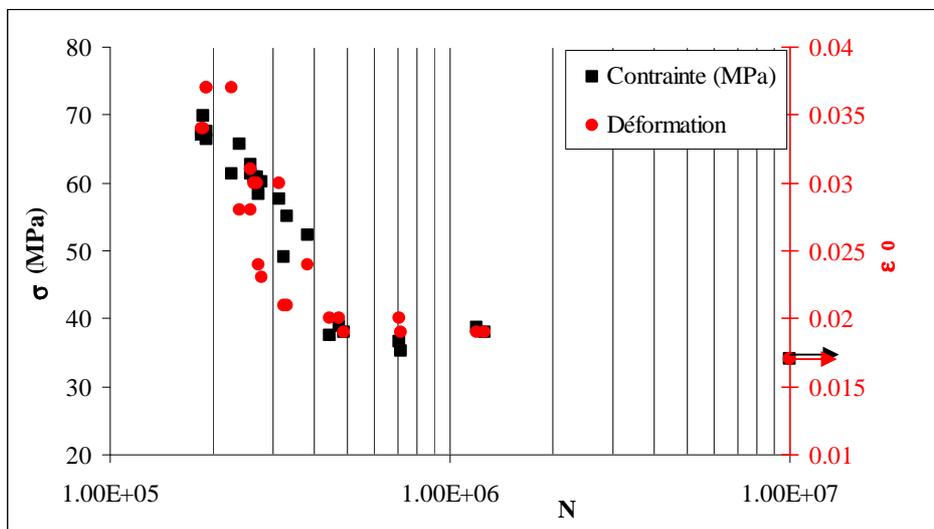


Figure 41 : Courbe de Wöhler du Polyamide 66 et contrainte induite en fonction du nombre de cycles à rupture à 10 Hz, 23°C, $\sigma_{\infty} = 35$ MPa, $\epsilon_{\infty} = 1.7\%$

La courbe de Wöhler du Polyamide 66, a deux parties. Initialement quand la déformation appliquée est comprise entre 0,021 et 0,037, la contrainte induite et la déformation appliquée diminuent de façon linéaire puis elles se stabilisent quasiment. La limite d'endurance ϵ_{∞} est égale à 1.7% et induit une contrainte de 35 MPa.

Le polyamide 66 a une limite d'endurance en contrainte supérieure à celle du polypropylène. La structure diphasique du Polypropylène et du Polyamide 66 (semi-cristallins) permet d'avoir une meilleure résistance à la propagation de fissures. L'arrêt des fissures à l'interface de la phase cristalline/phase amorphe survient tout particulièrement dans le cas d'une faible vitesse de déformation, comme nous l'avons déjà mentionné [125].

4.2. Influence de la direction de la sollicitation par rapport à l'orientation des fibres de verre

Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes injectées et dans le cas du composite PA 66 (FV), la plupart des fibres sont orientées dans la direction de l'injection. Dans l'objectif d'observer l'influence de la direction de la sollicitation par rapport à l'orientation de la majorité des fibres ainsi que le rôle de l'interface, deux types de sollicitation ont été choisis :

- La sollicitation en Flexion Alternée
- La sollicitation en Traction- Traction

4.2.1. Polyamide 66/fibres de verre sollicité en flexion alternée

La Figure 42, présente trois différentes allures de courbe de fatigue en flexion alternée pour le composite PA 66 (FV) à la fréquence de 10 Hz.

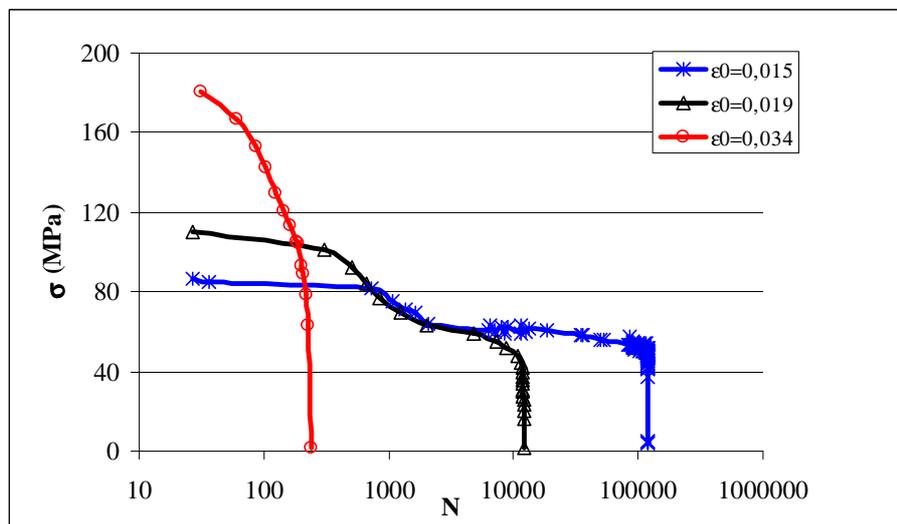


Figure 42 : Evolution de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles en flexion alternée pour trois déformations appliquées de 0,015, 0,019 et 0,034 à 10 Hz, 23 °C et 50 % HR

Quand la déformation appliquée est très forte, $\epsilon = 0,034$, la contrainte diminue très rapidement jusqu'à la rupture. Les phases d'amorçage, de coalescence et de propagation de fissures sont très courtes. Pour une valeur moyenne de déformation appliquée, $\epsilon = 0,019$, une première chute

de contrainte est observée en raison de l'auto-échauffement qui entraîne un changement d'état physique de la phase amorphe. Cette chute assez brutale est suivie d'une diminution beaucoup plus lente de la contrainte induite jusqu'à la rupture finale. Pour une faible valeur de déformation appliquée, $\epsilon \leq 0.015$, la contrainte induite est plus faible mais la première chute de contrainte se produit dans la même échelle de temps. La dernière phase d'amorçage et de coalescence des fissures est plus longue et la rupture finale se produit plus tard. Nous reviendrons sur l'effet de l'auto-échauffement sur la tenue en fatigue dans le paragraphe 5.2. Les courbes représentant la contrainte induite et la déformation appliquée ont été tracées en fonction du nombre de cycles à la rupture (Figure 43).

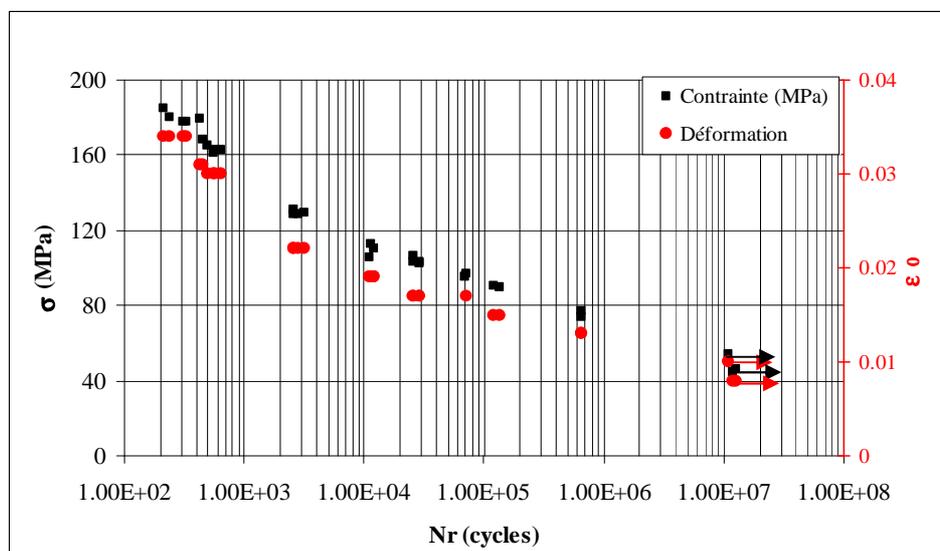


Figure 43 : Courbe de Wöhler et la déformation appliquée en fonction de nombre de cycles à la rupture pour le PA 66 (FV) à 10 Hz, 23°C et 50% HR

La courbe de Wöhler de ce matériau composite, se caractérise par trois domaines :

1. Quand la déformation appliquée est supérieure à 0,03, la rupture est atteinte très rapidement avant 3000 cycles. On observe une diminution linéaire de la contrainte. La température induite par l'auto-échauffement augmente très vite mais comme la rupture est atteinte rapidement, elle n'atteint pas une valeur élevée.
2. Lorsque la déformation appliquée est inférieure à 0,03 mais supérieure à 0,013, la contrainte décroît également de manière linéaire. Dans cette zone, on atteint la valeur maximale de température par auto-échauffement. Les zones d'amorçage, de coalescence et de propagation de fissures ont une durée d'autant plus grande que la déformation appliquée est plus faible.

3. Pour une déformation appliquée de 0,013 on atteint la rupture à $6 \cdot 10^5$ cycles. La température induite par l'auto-échauffement augmente très peu et reste stable jusqu'à la rupture finale. Les valeurs initiales de contrainte induite pour ces deux tests sont 74 MPa et 77 MPa.

4.2.2. Polyamide 66/fibres de verre sollicité en traction-traction

La Figure 44 présente la variation de la déformation induite en fonction du nombre de cycles pour trois différents niveaux de contrainte appliquée à la fréquence de 10 Hz, $R = 0,1$ à 23°C et 50% HR.

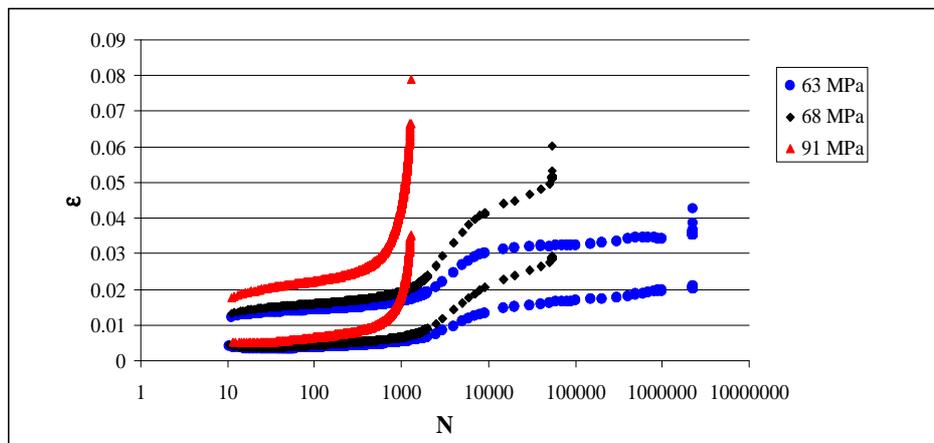


Figure 44 : Trois différentes allures de la déformation induite en Traction-Traction en fonction du nombre de cycles à 10 Hz, 23 °C et 50 %HR

Comme en flexion alternée, nous observons trois différentes allures indiquant différents comportements du matériau en fatigue :

1. Lorsque la valeur de la contrainte appliquée est très forte ($\sigma = 91$ MPa) nous avons d'abord une augmentation faible de la déformation maximale de 0,015 à 0,025 jusqu'à 1000 cycles, puis une augmentation rapide jusqu'à la rupture. Comme la contrainte appliquée est très forte, c'est le mécanisme de la fatigue mécanique qui est le facteur déterminant pour la rupture.
2. En réduisant la valeur de la contrainte appliquée ($\sigma = 68$ MPa), on observe une faible augmentation de l'amplitude de déformation (0,014 à 0,02) jusqu'à 1500 cycles. Cette augmentation est plus faible pour le cas de la contrainte appliquée élevée (91 MPa). Ensuite, on observe une augmentation rapide de l'amplitude de la déformation de 0,02 à 0,04. Puis une autre phase apparaît où la déformation augmente encore mais de manière moins importante (de 0,04 à 0,05). Finalement, elle augmente très rapidement jusqu'à la

rupture. La température de l'auto-échauffement augmente pendant le test et comme l'amplitude de la déformation n'augmente pas de la même manière que dans le cas des contraintes fortes, le comportement du matériau n'est plus le même. Par conséquent, le mécanisme de fatigue mécanique se superpose à un mécanisme de fatigue thermique, cf Paragraphe 5.2.

3. Pour le cas de contraintes plus faibles ($\sigma < 65$ MPa), on observe une grande différence au niveau de la durée de vie. Quand la valeur de contrainte passe de 68 à 63 MPa, la durée de vie augmente de $5,4 \cdot 10^4$ à $2,3 \cdot 10^6$ cycles. C'est donc un autre mécanisme qui induit la rupture. L'auto-échauffement est trop faible en raison de la valeur modérée de contrainte et seule la fatigue mécanique intervient.

Après avoir effectué les tests de fatigue à 10 Hz en traction-traction pour le composite PA66/fibres de verre, la courbe de Wöhler a été tracée, Figure 45.

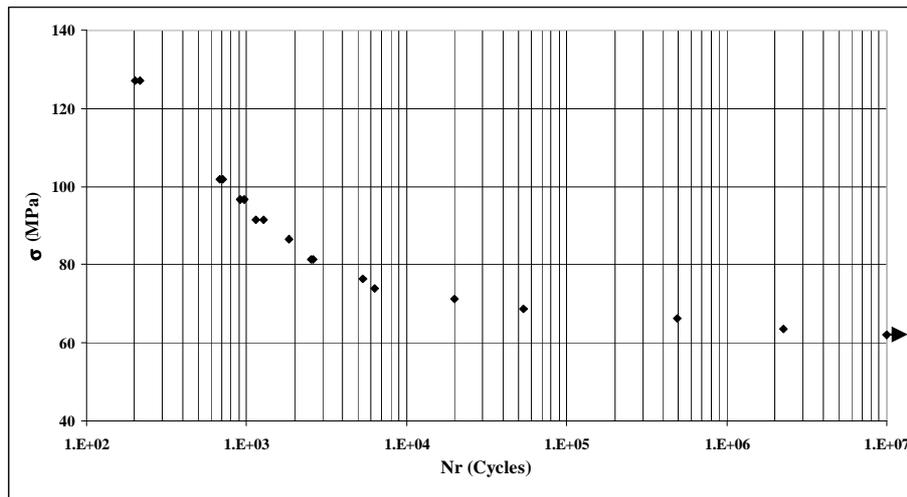


Figure 45 : Courbe de Wöhler en traction-traction pour le PA 66 (FV) à 10 Hz, 23 °C et 50% HR

On observe deux zones sur cette courbe :

- 1) La première zone se situe avant 7000 cycles quand la valeur est supérieure à 73 MPa ; une variation importante de σ_{\max} induit une faible variation de la durée de vie.
- 2) La deuxième zone correspond à une valeur de la contrainte maximale appliquée comprise entre 63 et 73 MPa ; une faible variation de σ_{\max} induit une augmentation très significative de la durée de vie. Ensuite, pour une valeur de 62 MPa, on n'atteint pas la rupture avant 10^7 cycles.

4.2.3. Comparaison des comportements du composite en traction-traction et en flexion alternée

Il était intéressant de comparer les deux courbes de Wöhler obtenue en flexion alternée et traction- traction à 10 Hz, (Figure 46) et à 20 Hz, (Figure 47).

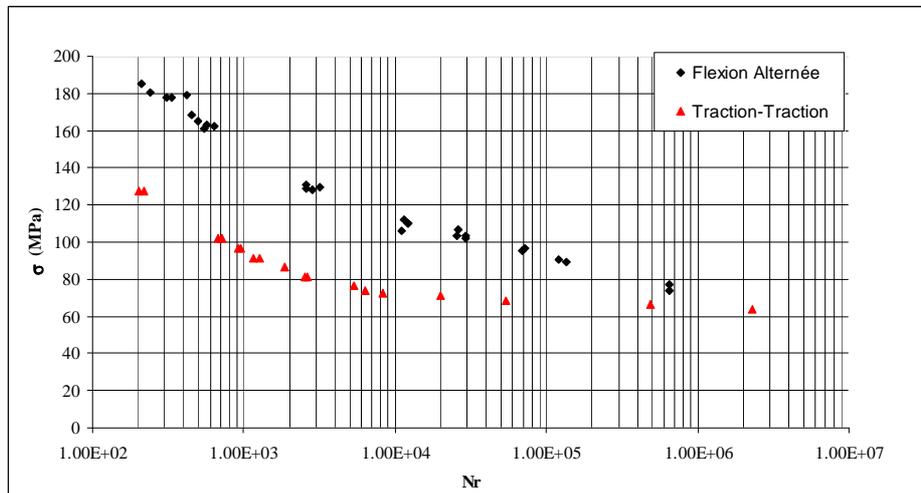


Figure 46 : Courbes de Wöhler à 10 Hz, en traction-traction et flexion alternée.

Pour les durées de vie courtes, les courbes de Wöhler varient de façon parallèle. Pour un nombre de cycles à rupture élevé, $N > 10^6$ cycles, les courbes se rejoignent. La courbe de Wöhler en traction-traction arrive plus vite sur un plateau que la courbe de Wöhler en flexion alternée. Ces deux courbes indiquent également que pour une même valeur de contrainte, la rupture se produit plus tôt en traction- traction. Comme la plupart des fibres sont orientées dans la direction de l'injection, même direction que la sollicitation mécanique en traction-traction, la matrice est plus sollicitée que l'interface fibre/matrice.

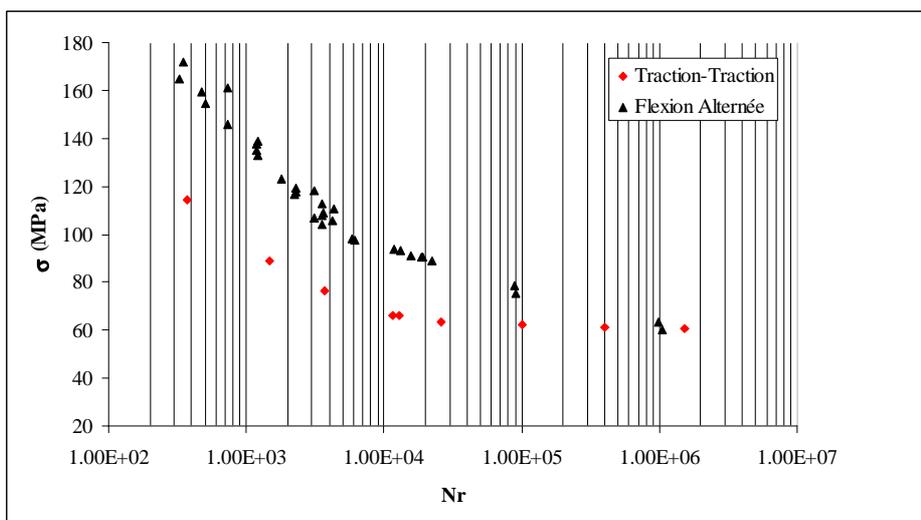


Figure 47 : Courbes de Wöhler à 20 Hz, en traction-traction et flexion alternée

La courbe de Wöhler en flexion alternée de la matrice seule, Figure 41, présente un plateau à partir de 10^6 cycles, précisément au même endroit où se joignent les courbes de Wöhler du composite en traction– traction et flexion alternée pour les deux fréquences.

Pour comprendre la jonction des courbes de Wöhler en traction-traction et en flexion-alternée, la température atteinte pendant deux essais produisant le même nombre de cycles à rupture, 10^4 cycles, a été mesurée. A la fréquence de 20 Hz, la contrainte initiale en flexion alternée est 91 MPa et la contrainte maximale appliquée en Traction-Traction est 66 MPa (Figure 48).

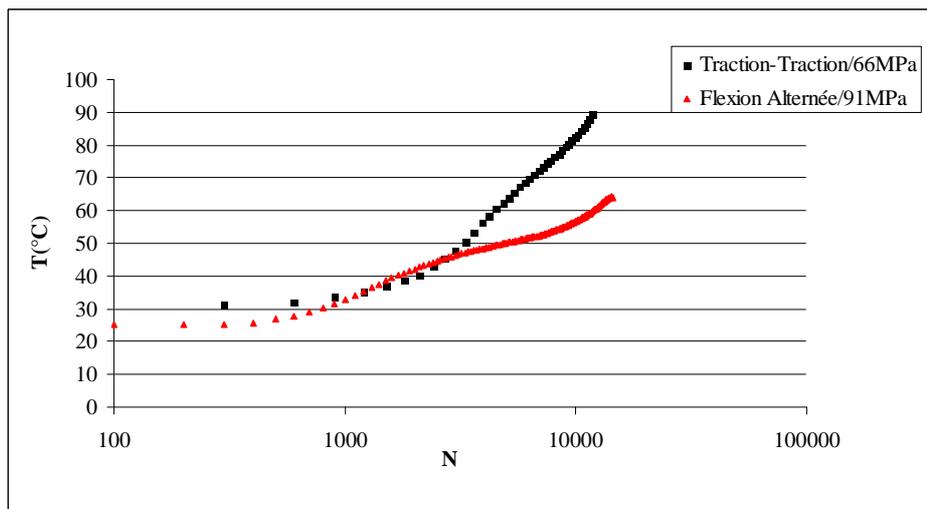


Figure 48 : Température en fonction du nombre de cycles pour deux courbes de fatigue qui ont effectué en Traction-Traction et Flexion alternée à 20 Hz

Les températures, pour les deux essais, augmentent d'une manière identique jusqu'à 45 °C puis divergent. La température augmente plus rapidement dans le test de traction-traction alors que la contrainte appliquée ($\sigma = 66$ MPa) est plus faible. Par contre, la direction de sollicitation est différente de celle de la flexion alternée. Les fibres sont majoritairement orientées dans le sens de l'injection, donc dans la même direction d'application de la contrainte en traction. Dans le cas de la flexion alternée, les fibres sont majoritairement orientées perpendiculairement à cette direction.

La même démarche a été appliquée à la fréquence de 10 Hz mais cette fois, la contrainte appliquée en traction-traction (66 MPa) est proche de la contrainte induite en flexion alternée (74 MPa). C'est à ce niveau de la courbe de Wöhler que les courbes du composite se rejoignent (Figure 46). Les deux courbes de température ont une allure identique mais celle de flexion alternée est un peu en dessous de celle de traction-traction, Figure 49. La différence entre les valeurs de contrainte peut expliquer ce petit déplacement.

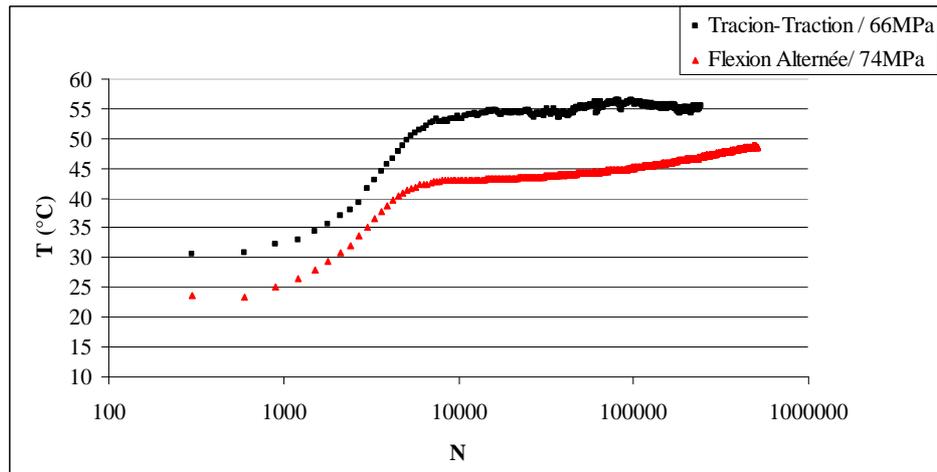


Figure 49 : Température en fonction du nombre de cycles pour deux courbes de fatigue qui ont effectué en Tracion-Traction et Flexion alternée à 10 Hz

4.3. Mécanisme d'endommagement

4.3.1. Facies de rupture

- **Flexion alternée**

Les faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées en flexion alternée ($\epsilon_0 = 0.034$ et $\epsilon_0 = 0.017$) ont été analysés au Microscope Electronique à Balayage, Figure 50. On observe plusieurs types d'endommagement sur le faciès de rupture ; A l'interface entre les fibres et la matrice, il y a formation de μ vides, déchaussement de fibres et formation de stries dans la matrice. Ces deux photos ont été prises à une distance de 1 mm du bord. Des photos prises sur d'autres zones, présentent le même type d'endommagement.

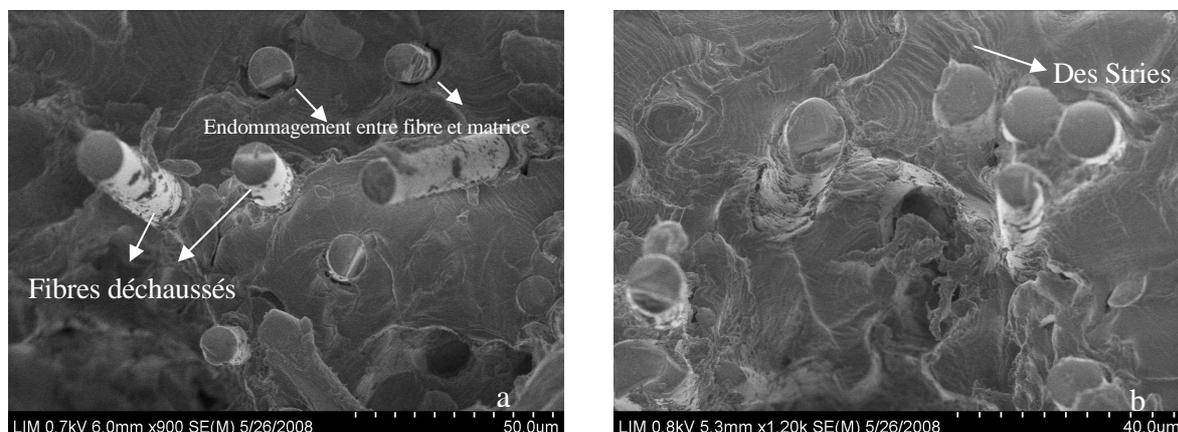


Figure 50 : Deux types d'endommagements sur le faciès de rupture d'un polyamide 66/fibre de verre ; (a) $\epsilon_0 = 0.034$, $\sigma = 178\text{MPa}$, $N = 333$ cycles, (b) $\epsilon = 0.017$, $\sigma = 103\text{MPa}$, $N = 2,56 \cdot 10^4$ cycles

On a aussi visualisé le faciès de rupture de la matrice seule (Figure 51). Dans le cas de la matrice toute seule on observe des stries et des zones de déformation plastique. Il existe quelques rares micros vides formés probablement pendant l'injection (par exemple bulles d'air).

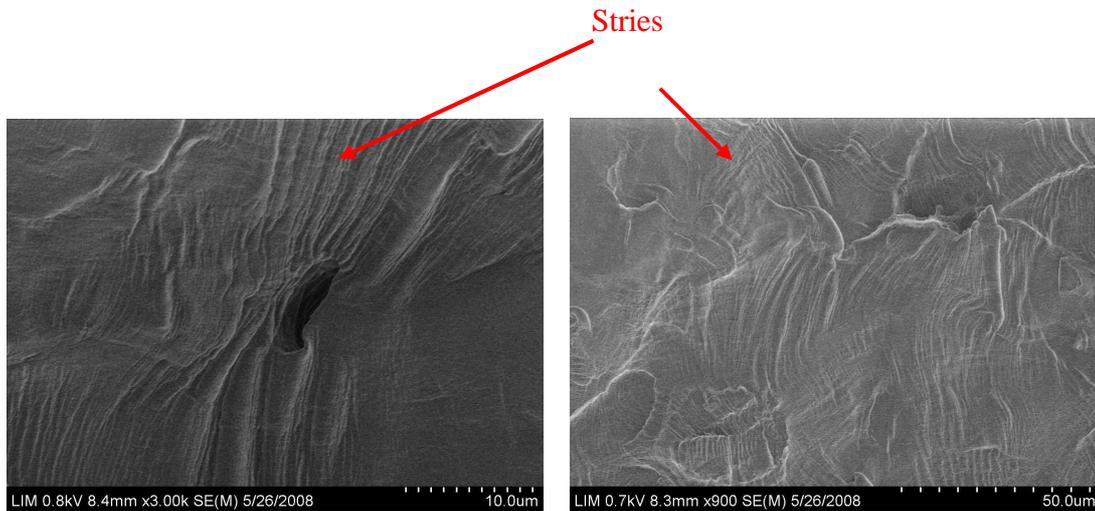


Figure 51 : Observation du faciès de rupture d'un PA 66, $\epsilon=0,034$, $\sigma= 70$ MPa, $N= 18,7 \cdot 10^4$ Cycles

Pour les éprouvettes qui n'ont pas cassé au cours d'un essai de fatigue (c'est-à-dire le nombre de cycle est supérieur à 10^7 cycles) une observation au microscope électronique à balayage sur la zone la plus sollicitée a été effectuée. Pour la matrice seule testée avec une déformation de 1.7 % on n'observe pas de défauts (Figure 52 a) mais par contre pour le composite avec une déformation deux fois plus faible, 0.8 %, on voit bien des fissures et des micro-défauts (Figure 52 b).

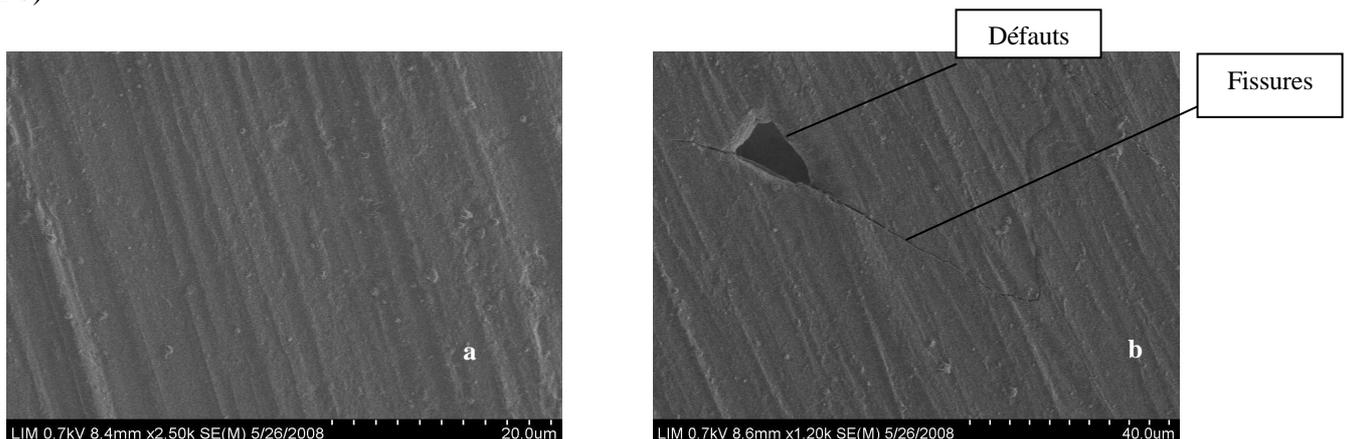


Figure 52 : Epreuves sollicitées avec une déformation faible et qui n'ont pas cassé, matrice (a) et composite (b)

La peau des échantillons de matériau composite présente souvent certains défauts, cratères et fissures mais il n'est pas facile de dire si ces défauts sont créés pendant l'essai de fatigue ou s'ils proviennent de la mise en œuvre.

• Traction-Traction

Le faciès de rupture des échantillons sollicités en traction-traction à 10 Hz et une contrainte appliquée de 66 MPa, a été analysé avec le microscope électronique à balayage (Figure 53).

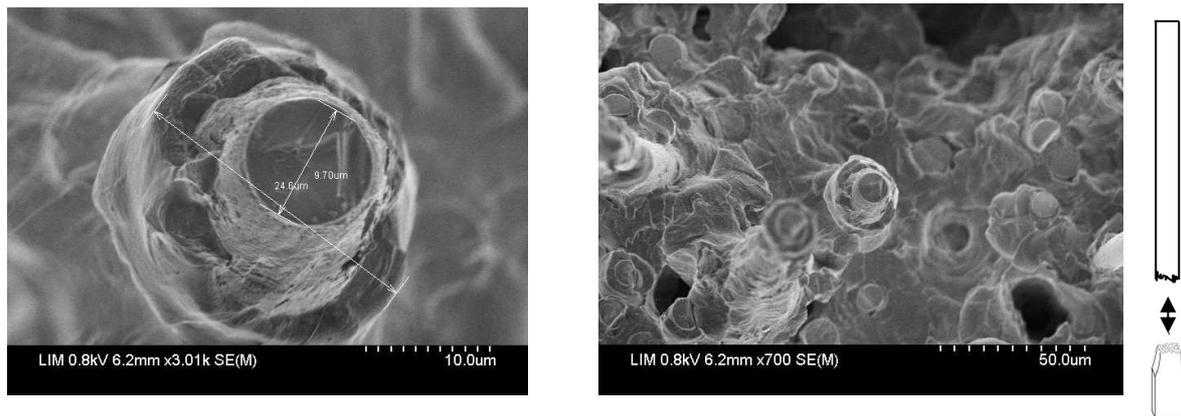


Figure 53 : Faciès de rupture d'un échantillon sollicité en traction-traction à 10 Hz et $\sigma = 66$ MPa

Ces faciès de rupture présentent des caractéristiques différentes de celles observées en flexion alternée. Ceci est surtout visible au niveau du mécanisme de déchaussement des fibres rompues et par la présence de stries dans la matrice.

Quand on sollicite le composite en traction- traction, comme la direction de la plupart des fibres est identique à la direction de la sollicitation, les fibres sont plus sollicitées le long des parois latérales qu'à leur extrémité. Les fibres de verre ont été ensimées avec un ensimage spécifique PA 66. La résistance mécanique de l'interface fibre/matrice est élevée et la rupture se produit dans la matrice à proximité des parois des fibres. On observe clairement des fragments de matrice sur la paroi des fibres déchaussées. Cette couche de matrice, devient plus grande quand la fatigue thermique a un rôle dominant car la matrice est plus ductile, parfois même à l'état caoutchoutique.

Pour quantifier ce phénomène, une mesure de "la couche de résine + diamètre des fibres" D (μm) rapporté au diamètre des fibres d (μm) a été effectuée sur les faciès de la rupture pour différents niveaux de contrainte appliquée. Pour une observation homogène, les zones sont choisies près de la peau et au cœur du faciès de rupture, Figure 54 et chaque valeur mesurée de D/d correspond à une valeur moyenne de 4 zones autour des fibres.

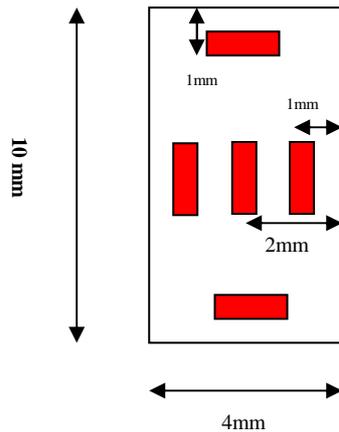


Figure 54 : Zones observées (■) sur les faciès de rupture de PA 66 (FV)

Quand la valeur de contrainte appliquée augmente, la durée de vie en fatigue et le rapport D/d diminuent, Figure 55. Pour $\sigma_0 \leq 100$ MPa, la dispersion des valeurs D/d est élevée car la température du matériau induite par l'auto-échauffement est grande. Ce n'est pas le cas pour les valeurs de contrainte plus fortes, $\sigma_0 = 130$ MPa, car la rupture se produit avant que la température induite par l'auto-échauffement atteigne une valeur élevée. Ces observations seront confirmées par l'étude des faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à diverses températures comprises entre 35°C et 90°C, cf paragraphe 5.1.

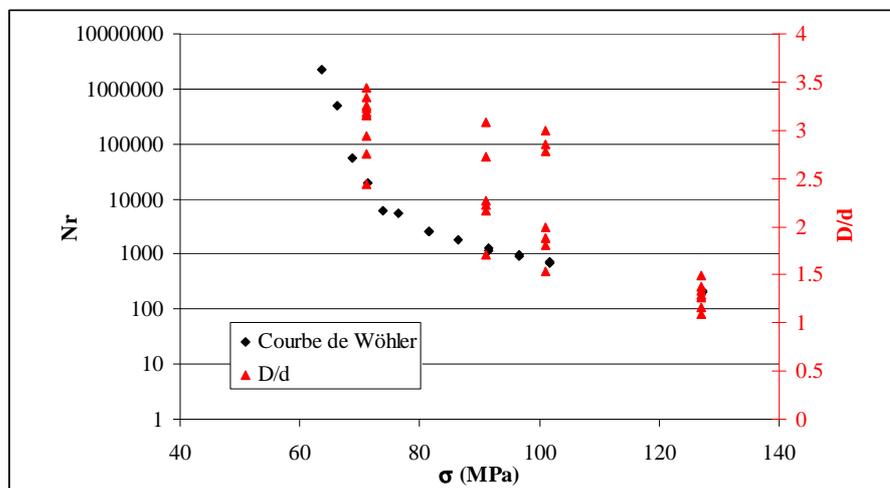


Figure 55 : Influence de la température d'auto-échauffement sur l'épaisseur de la couche de matrice à 10 Hz, 23°C et 50%HR

4.3.2. Amorçage de l'endommagement

Pour mieux appréhender le mécanisme d'amorçage, deux sortes d'essais de fatigue ont été pratiqués, des tests de fatigue interrompus et des tests de fatigue discontinus.

4.3.2.1. Essais de fatigue interrompus

Ces tests réalisés en flexion alternée à la fréquence de 10 Hz avec une déformation appliquée de 0,013 ont été interrompus à 300 000 et 500 000 cycles, Figure 56. La valeur de la déformation a été choisie de manière à bien séparer les périodes d'amorçage et de propagation de l'endommagement. La dernière interruption est proche de la rupture.

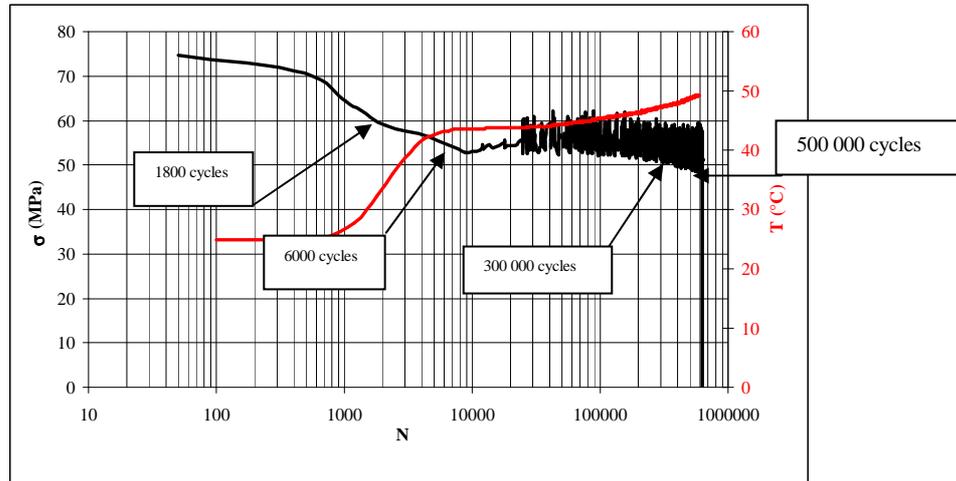


Figure 56 : Essai de fatigue en flexion alternée avec une déformation appliquée de 0,013

A chaque interruption, les propriétés physico-chimiques et mécaniques sont mesurées pour le PA66, Tableau 7 et le composite PA66/FV, Tableau 8. La densité (ρ), la température de fusion (T_f) et le taux de cristallinité (X_c) ne varient pas entre 0 et 500 000 cycles. Cela ne signifie pas qu'il n'y a pas création de micro-défauts, micro-vides mais leur concentration est insuffisante pour faire varier ces propriétés macroscopiques.

	ρ (kg/m ³)	T_f (°C)	x_c (%)
Eprouvette non sollicitée de PA66	1162±1	264±1	38±3
Eprouvette de PA66 sollicitée 300 000 cycles	1162±12	264±1	39±3

Tableau 7 : Propriétés physico chimiques du PA66 non sollicité et sollicité à 300 000 cycles

Entre 0 et 500 000 cycles les propriétés mécaniques sont inchangées compte tenu de l'écart type important, Tableau 8. Ce dernier témoigne de l'hétérogénéité des éprouvettes "500 000 cycles ", hétérogénéité que nous avons également observée lors des essais de DMA, de DSC et de mesure de densité.

	Masse volumique (kg/m ³)	x _c (%)	E (MPa)	σ _r (MPa)
0 cycle	1409 ± 13	35 ± 4	6680 ± 200	190 ± 7
300 000 cycles	1374 ± 22	36 ± 3	6860 ± 70	193 ± 8
500 000 cycles	1404 ± 8	38 ± 5	6148 ± 612	204 ± 19

Tableau 8: propriétés physico-chimiques et mécaniques du PA66/FV non sollicité et sollicité 300 000 et 500 000cycles

Il semblerait que le module de perte E'' soit stable pendant la même période excepté pour le composite à proximité de la rupture (500 000 cycles) en raison de la création d'un endommagement à l'échelle microscopique, Tableau 9. Avant 500000 cycles les micro-défauts créés sont de taille nanométrique. Comme dans le cas de la température de fusion, la température de transition vitreuse ne subit pas de variation significative pendant la période d'amorçage des micro-défauts.

	E'' _{42°C} (MPa)	T _{g E''} (°C)
PA66/FV 0 cycles	343	55
PA66/FV 300 000 cycles	340	60
PA66/FV 500 000 cycles	290	59
PA66 0 cycles	265	60
PA66 350 000 cycles	276	55

Tableau 9: Module de perte et T_g du composite et du PA66 non sollicité et sollicité 300 000 et 500 000cycles

4.3.2.2. Essais de fatigue Discontinus

Ces essais sont également réalisés en flexion alternée mais avec une déformation appliquée plus élevée, 0.017. Pour ces conditions, la rupture se produit à 60 000 cycles.

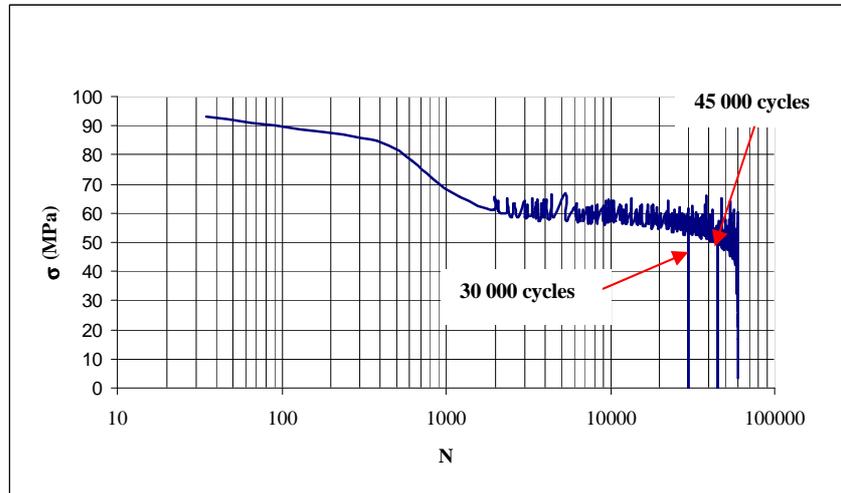


Figure 57 : Variation de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles, essai en flexion alternée

à 10 Hz, $\epsilon_0 = 0.017$

L'observation microscopique est effectuée sur une même éprouvette dont on a poli la surface dans la zone la plus sollicitée. Après observation, la sollicitation en flexion alternée est à nouveau appliquée. Au microscope optique, aucun endommagement n'est observé avant 30 000 cycles. A partir de 30 000 cycles, des fibres déchaussées apparaissent près de la surface dans la zone la plus sollicitée (Figure 58). Juste avant la rupture, à 59615 cycles, quelques fissures/microvides sont observables.

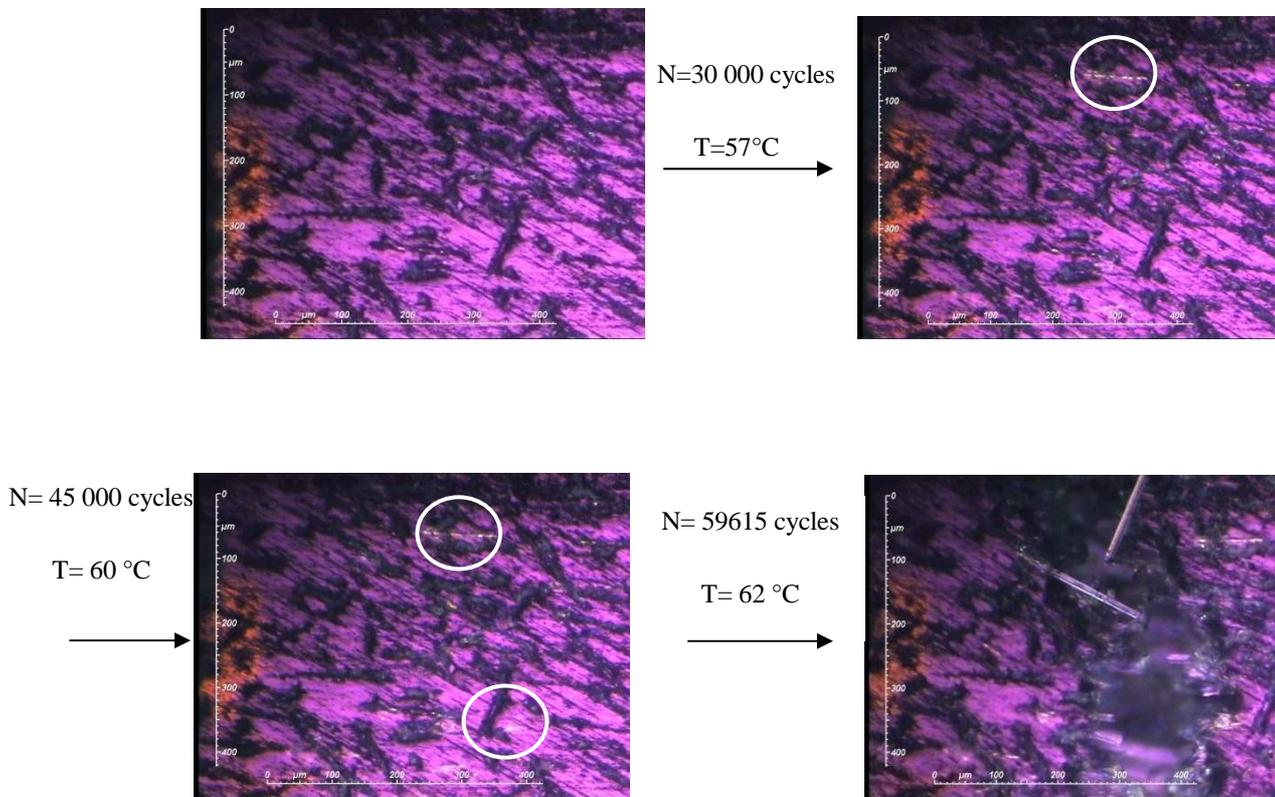


Figure 58 : Observations microscopiques pour 30 000, 45 000 et 59615cycles pendant un essai discontinu, 10 Hz,
 $\epsilon_0 = 0.017$

L'étude a alors été poursuivie au microscope électronique à balayage. Dans un premier temps la surface n'est pas polie, les résultats obtenus sont les suivants, Figure 59.

Après 1000 cycles de sollicitation, on observe sur les photos de la surface non polie une extrémité de fibre qui commence à fissurer la surface. Cet amorçage de fissures se produit à l'échelle du nanomètre donc ces défauts sont appelés nano-fissures.

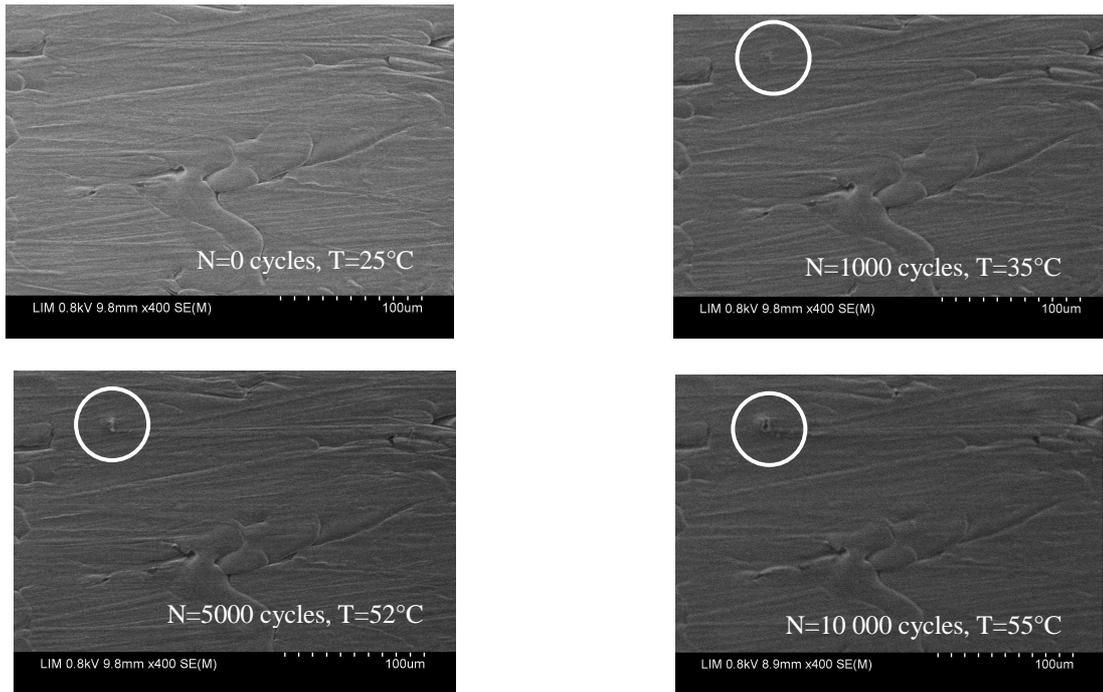


Figure 59: Observations au MEB pour 30 000, 45 000 et 59615 cycles pendant un essai discontinu, 10 Hz, $\varepsilon_0 = 0.017$

4.3.3. Propagation des fissures

Il est très difficile d'arrêter un test juste avant la rupture parce que la dernière phase (propagation des fissures) est une phase relativement courte et la vitesse de la propagation est très élevée. Le risque d'observer la rupture avant d'avoir pu effectuer un arrêt n'est donc pas négligeable. Comme on le voit sur la photo de la Figure 60 (a), les fissures se propagent d'abord dans les zones où il y a des concentrations de fibres ; plus tard, Figure 60 (b) les fissures se propagent dans la matrice.

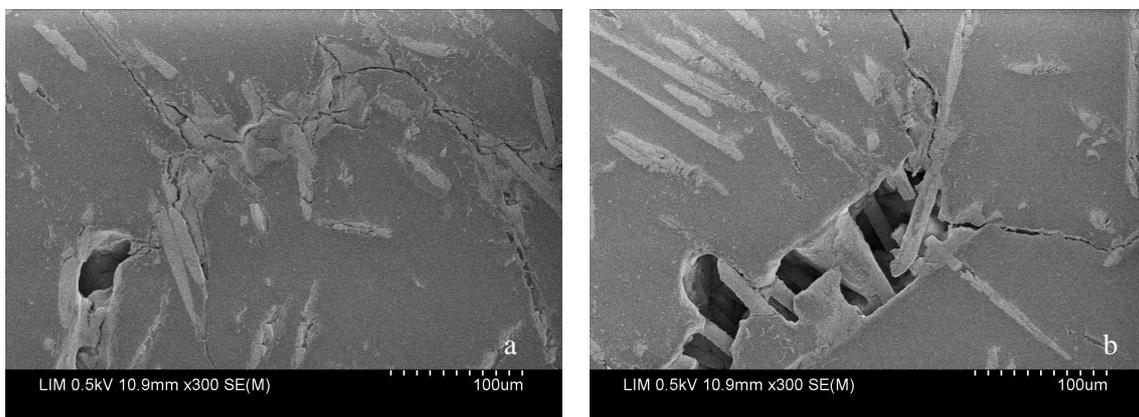


Figure 60 : Observations au MEB de la zone la plus sollicitée juste avant la rupture, N=62 000 cycles-

$\varepsilon = 0.017$, 10 Hz, 50% HR

Ce scénario rappelle une étude utilisant la méthode de travail essentiel de rupture pour un polyamide 66 renforcé par des nanoparticules de TiO_2 [126]. Les nanoparticules agissent individuellement comme points de concentration de contraintes, provoquent la création de minuscules cavités qui coalescent en cavités sous-micrométriques puis rapidement en microvides qui amorcent des fissures en raison du niveau élevé de concentration de contraintes.

4.3.4. Influence de la durée de l'interruption

Le premier arrêt de l'essai a lieu à 30 000 cycles et le temps de repos a varié de 2 à 30 min. Ensuite la même démarche a été répétée avec un arrêt à 45 000 cycles et 60 000 cycles (Figure 61).

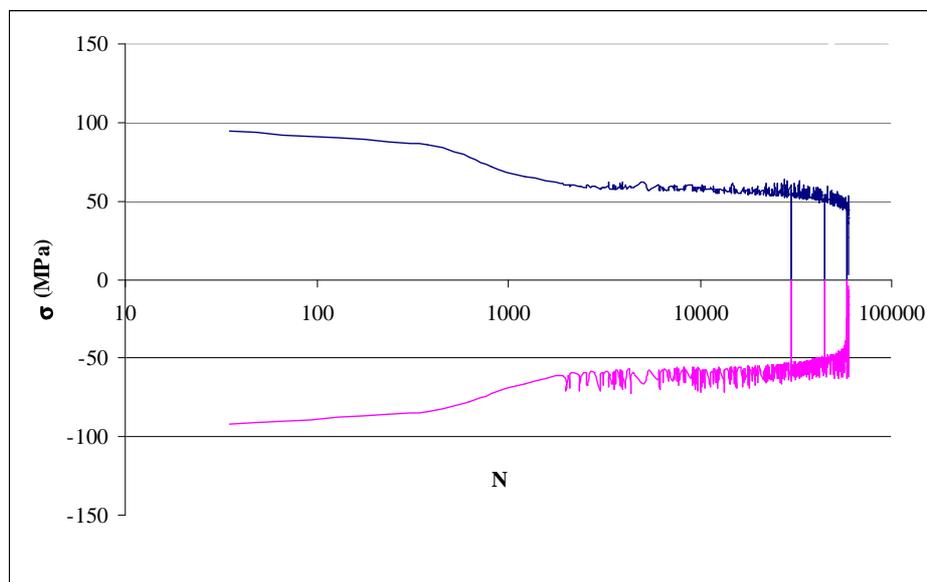


Figure 61 : Essai de fatigue discontinu à 10 Hz et $\epsilon = 0.017$. Arrêts à 30000 cycles, 45000 cycles et 60000cycles

Comme on voit sur la Figure 62 le nombre de cycles à rupture est le plus grand quand l'arrêt est effectué à proximité de la rupture. Cela signifie que la relaxation de défauts créés juste avant la rupture est plus efficace que celle des défauts créés plus précocement. La Figure 63 montre également qu'un temps de repos de 20 min est un temps suffisant, mais pour plus de sûreté, des essais avec un temps de repos de 120 min ont été réalisés.

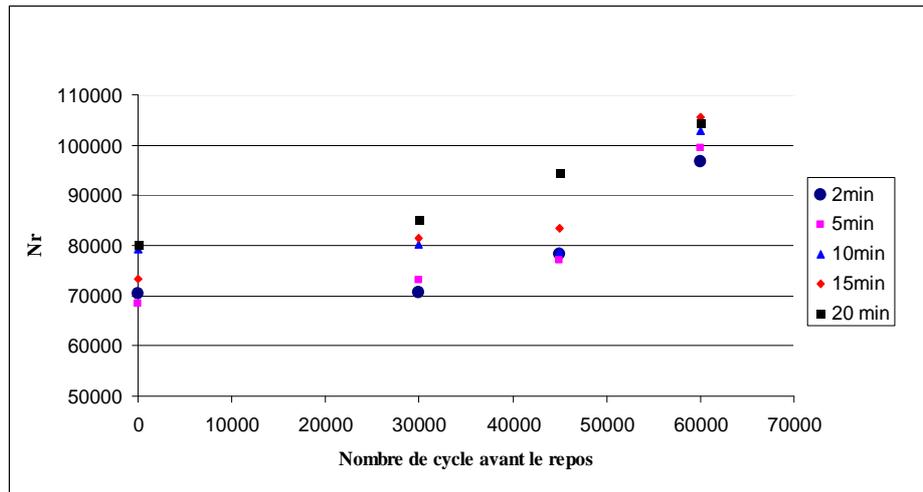


Figure 62 : Variation du nombre de cycles à la rupture (N_r) en fonction du nombre de cycles avant arrêt et pour différents temps de repos, $\epsilon = 0.017$

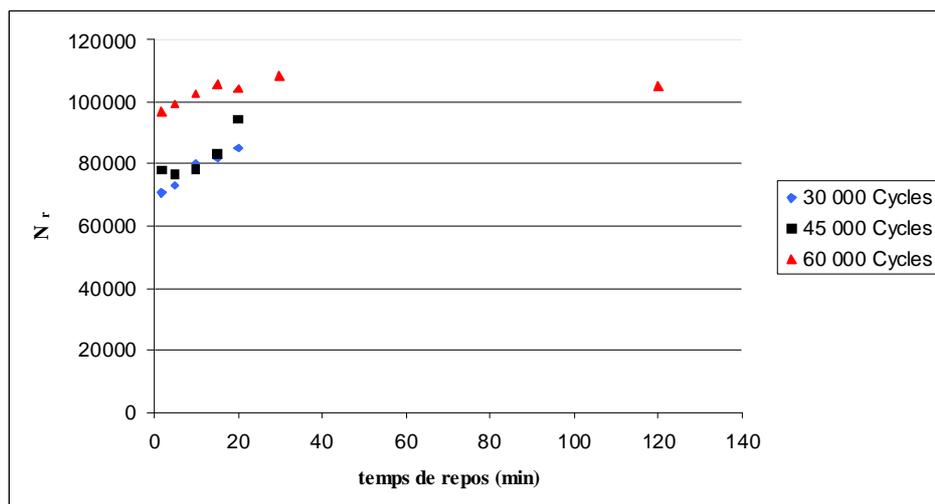


Figure 63 : Variation du nombre de cycles à la rupture (N_r) en fonction du temps de repos

La Figure 63 montre qu'après 120 min de repos, approximativement le même nombre de cycles à la rupture est observé que pour un temps de repos de 20 min. Pour cette valeur de déformation appliquée (0.017), un temps de repos de 20 minutes est largement suffisant pour relaxer les défauts.

Lorsqu'un temps de repos de 5 minutes est appliqué à proximité de la rupture, Figure 64, la contrainte moyenne induite après l'arrêt est égale à 63 MPa, soit un écart de 25 MPa avec la contrainte initiale qui était égale à 88 MPa.

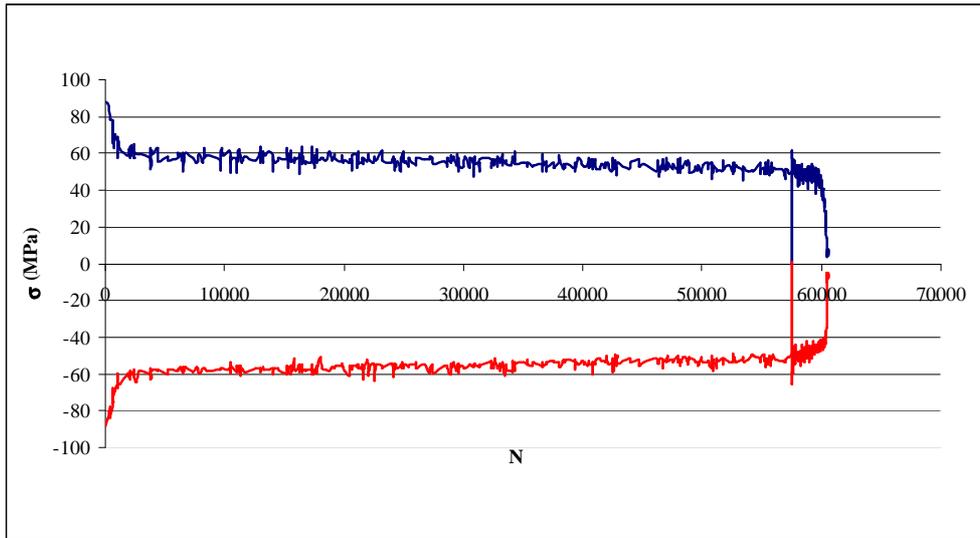


Figure 64 : Essai discontinu avec un arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 5 minutes à $\epsilon=0,017$, 10 Hz et 50 % HR

En revanche avec un temps de repos de 20 minutes, la contrainte après le repos, a presque la même valeur que la contrainte induite maximale (Figure 65). En d'autres termes, c'est avec ce temps de 20 minutes que la durée de vie est la plus augmentée.

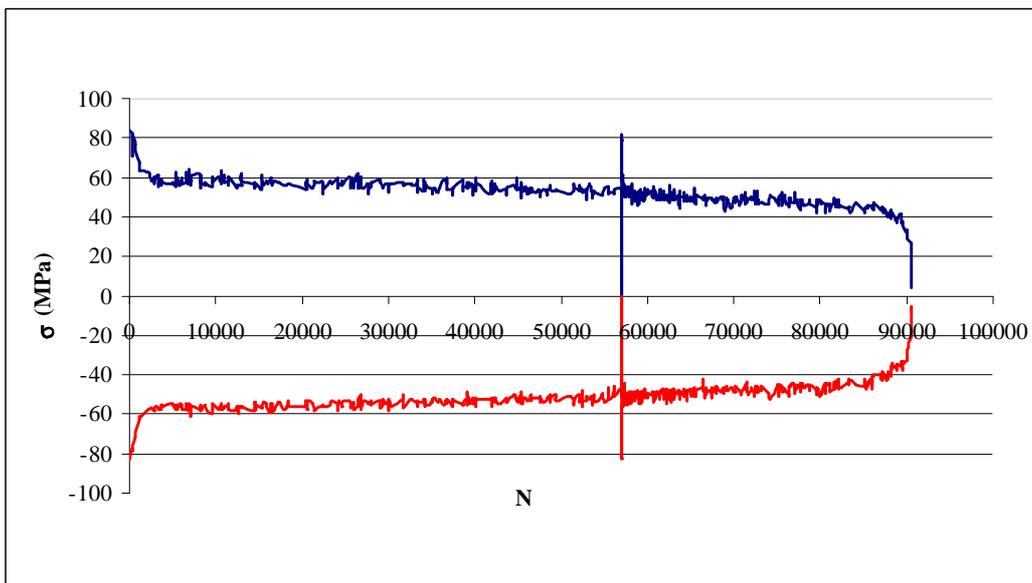


Figure 65 : Essai discontinu avec un arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 20 minutes à $\epsilon=0,017$, 10 Hz et 50 % HR

Une autre raison pourrait être le temps nécessaire pour que la température induite par l'auto-échauffement atteigne la température ambiante.

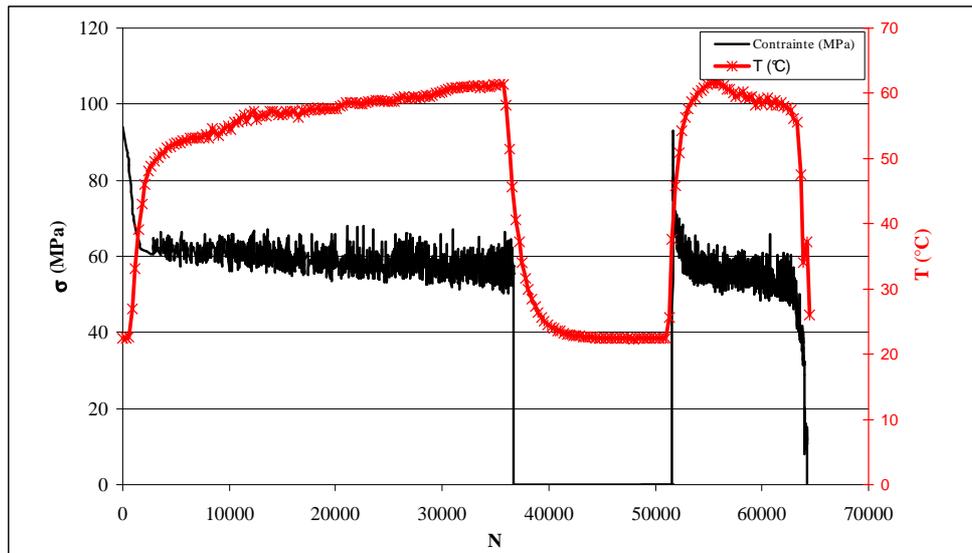


Figure 66 : Essai discontinue arrêt à proximité de la rupture et un temps de repos de 25 minutes à

10 Hz, $\epsilon=0,016$

Nous avons mesuré ce temps pour un essai effectué avec une déformation appliquée légèrement inférieure: $\epsilon_0=0,016$ au lieu de $\epsilon_0=0,017$. Dans ces conditions, le nombre de cycles à la rupture pour un essai continu est de 34119. La température passe de 62 à 30 °C en 5 minutes mais ensuite elle décroît jusqu'à 23 °C en 15 minutes soit un total d'environ 20 minutes (Figure 66). Comme le temps de repos est de 25 minutes, la contrainte induite après le repos est égale à la contrainte initiale, comme nous l'avons déjà mentionné précédemment.

Le temps de repos de 20 min ($20 \leq t$), à proximité de la rupture a une influence sur la durée de vie pour toutes les déformations appliquées. Sur la courbe de Wöhler, cette influence est plus remarquable pour les faibles déformations (Figure 67).

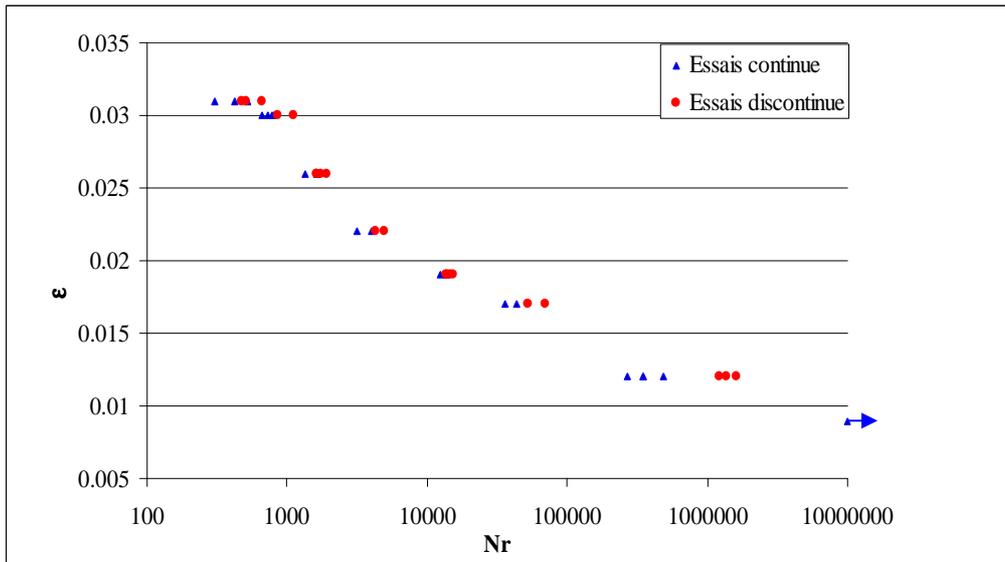


Figure 67 : Courbe de wohler avec les essais continus et discontinus

4.3.5. Discussion

A présent, la question est de connaître la nature de ces micro-défauts relaxés pendant l'interruption du test. Sont-ils des changements de conformation des chaînes macromoléculaires de la phase amorphe ? Robertson [100] a considéré pour le polystyrène et le poly méthyle méthacrylate, un modèle moléculaire dans lequel un champ de contraintes de cisaillement induit des mouvements de rotations des liaisons suffisamment nombreux pour diminuer localement la rigidité et permettre l'écoulement. La formation de craquelures de fatigue a été mise en évidence pour le polycarbonate [127]. L'amorçage est expliqué par le désenchevêtrement des chaînes, formation de nano-vides ou proto-craquelures d'une taille d'environ 50 nm. Ce phénomène ne pourrait-il pas se produire dans la phase amorphe du PA66 ? Est-ce que ces micro-défauts sont des domaines pré-plastifiés de la phase amorphe ? Le comportement au seuil et avant –seuil de polymères amorphes a été décrit par une approche métallurgique [128]. Les résultats d'essais mécaniques ont été analysés en termes de défauts assimilables à des dislocations induites par des déformations locales du réseau macromoléculaire.

La mesure du volume libre dans des échantillons ayant subi des essais continus et discontinus de fatigue nous a permis de mieux cerner la nature de ces défauts.

4.3.5.1.Dilatométrie

Les essais de dilatométrie ont été réalisés pour des éprouvettes sollicitées en fatigue pour des déformations de 0,012 et 0,017 principalement, car il s'agit des déformations les plus intéressantes pour différencier les essais continus et discontinus (Tableau 10).

ϵ	Type essai	$\alpha_g (\times 10^{-6}) (^{\circ}\text{C}^{-1})$	$\alpha_r (\times 10^{-6}) (^{\circ}\text{C}^{-1})$
0,017	Continu	213	516 ± 8
	Discontinu	222 ± 4	561 ± 7
0,012	Continu	222 ± 2	597 ± 8
	Discontinu	273 ± 16	615 ± 45

Tableau 10 : Coefficients de dilatation volumique

Quelque soit la déformation appliquée en flexion alternée, les valeurs moyennes des coefficients de dilatation sont supérieurs pour les essais discontinus. Toutefois, cette constatation doit être nuancée compte-tenu des écarts-type.

4.3.5.2.D.M.A.

Les essais de DMA ont été réalisés sur des échantillons provenant des mêmes éprouvettes que pour la dilatométrie, dans le but de calculer les volumes libres à partir des mêmes données. La déformation de 0,012 est cependant la plus intéressante par rapport aux essais de fatigue, et donc l'accent a été mis sur ces éprouvettes. La T_g est mesurée au pic de E'' , c'est une méthode qui paraissait plus précise que de mesurer à la chute de E' .

ϵ	Type d'essai	$T_g (^{\circ}\text{C})$									
		0,1 (Hz)	0,33 (Hz)	1 (Hz)	5 (Hz)	10 (Hz)	16,66 (Hz)	20 (Hz)	33,33 (Hz)	50 (Hz)	100 (Hz)
0,012	Continu	61±10	64±9	66±10	71±10	73±10	74±11	75±11	77±11	78±12	76±11
	Discontinu	71±1	74±1	77	82±1	84±1	85±2	86±2	87±1	90±1	92±2

Tableau 11 : Récapitulatif des résultats de DMA

Notons que la valeur moyenne de T_g mesurée à 10 Hz ($T_g = 73 \pm 10$ °C) est supérieure à la valeur mesurée pour les éprouvettes non fatiguées ($T_g = 55$ °C). Cet écart pourrait être attribué à un conditionnement différent des éprouvettes et/ou à une calibration à température défectueuse mais rappelons que l'objectif est de mesurer le volume libre et que dans ce calcul, seul l'écart entre T_g et T_g de référence est pris en compte.

On remarque que, dans l'ensemble, les plages de températures de T_g sont assez étroites pour les essais continus quelque soit la sollicitation (environ 15°C d'écart entre 0.1 Hz et 100 Hz). On remarque que pour les essais discontinus la plage de températures de T_g augmente (environ 22°C d'écart entre 0.1 Hz et 100 Hz).

4.3.5.3. Volume libre

Une fois les mesures effectuées au DMA et au dilatomètre, on peut calculer la fraction de volume libre de l'échantillon. Voici un exemple de courbe $\frac{1}{\ln(\frac{f}{f_r})} = F \left(\frac{1}{T_\alpha - T_{\alpha r}} \right)$

tracée à partir de résultats sur DMA la fréquence de 0,1 Hz est choisie comme fréquence de référence.

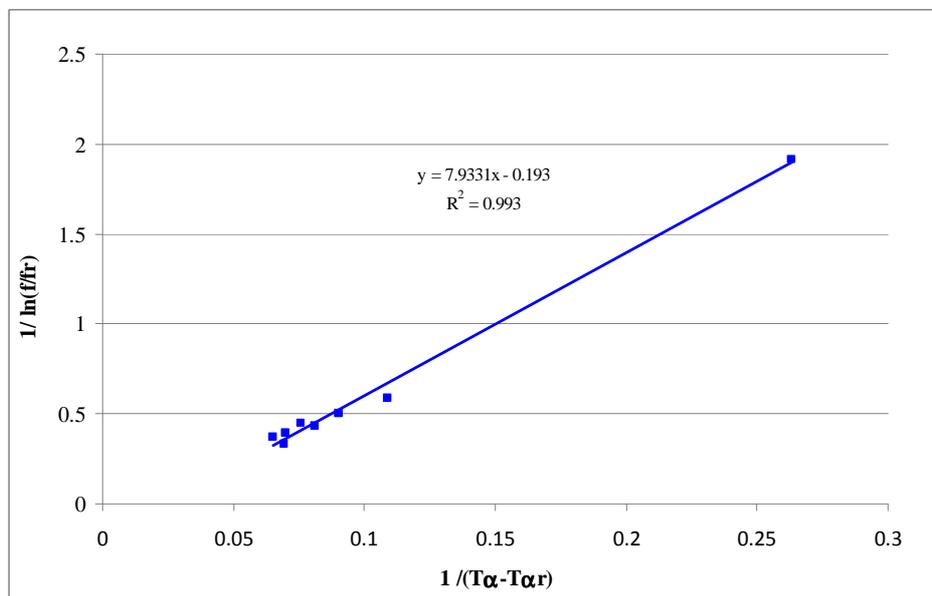


Figure 68 : Courbe pour détermination du rapport C_2/C_1

La régression linéaire permet de calculer le rapport C_2/C_1 (ici égal à 10,35), et le déterminer le volume libre avec les coefficients de dilatation. On rappelle la formule utilisée :

$f_g^2 = \frac{C_2}{C_1} \times B \times \frac{\Delta\alpha}{2.303}$, et on rappelle que $B=0,4$. La manipulation a été répétée pour seulement la déformation de 0,012, car il s'agit des points les plus éloignés entre les courbes de Wöhler continues et discontinues.

Type d'essai	volume libre f_g
Continu	$1,6 \times 10^{-2}$
	$1,3 \times 10^{-2}$
	$1,4 \times 10^{-2}$
Discontinu	$0,97 \times 10^{-2}$
	$1,04 \times 10^{-2}$
	$0,99 \times 10^{-2}$

Tableau 12 : Récapitulatif des résultats du calcul de volume libre

On constate qu'après les essais discontinus, la fraction de volume libre est moins élevée, en moyenne 1% alors que pour les essais continus elle est égale à 1,4%. Cette diminution pourrait être due à des changements de conformation des chaînes macromoléculaires ayant pour conséquences l'effacement des micro-défauts créés avant la pause. On peut supposer que c'est bien cela qui a permis d'allonger la durée de vie. Il devrait donc être possible d'identifier une relation entre le volume libre et la différence de durée de vie entre les essais continus et discontinus. Nous y reviendrons dans la chapitre 6, 'Modélisation'.

La comparaison du comportement en fatigue du composite et de la matrice va nous conforter dans notre hypothèse sur la nature des micro- défauts. La Figure 69 montre l'évolution de la contrainte induite en fonction du nombre de cycles pour un essai à 10Hz et une déformation $\epsilon_0 = 0.019$. La contrainte induite est 3 fois plus élevée pour le composite que pour la matrice et naturellement la durée de vie est beaucoup plus courte. La première raison est la différence de valeur du module d'élasticité et la seconde est la différence d'auto échauffement. L'augmentation de la température de surface du composite est plus élevée et démarre plus tôt que celle du polyamide 66, Figure 70.

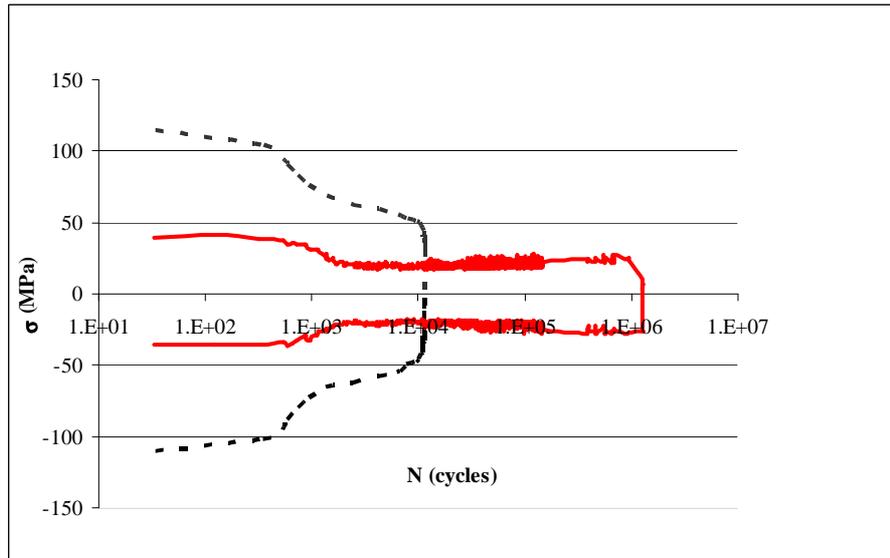


Figure 69 : Comparaison d'une courbe de fatigue de PA 66 (—) et son composite (- -) en flexion alternée, $\epsilon = 0,019$, 10 Hz, 23 °C et 50 % HR

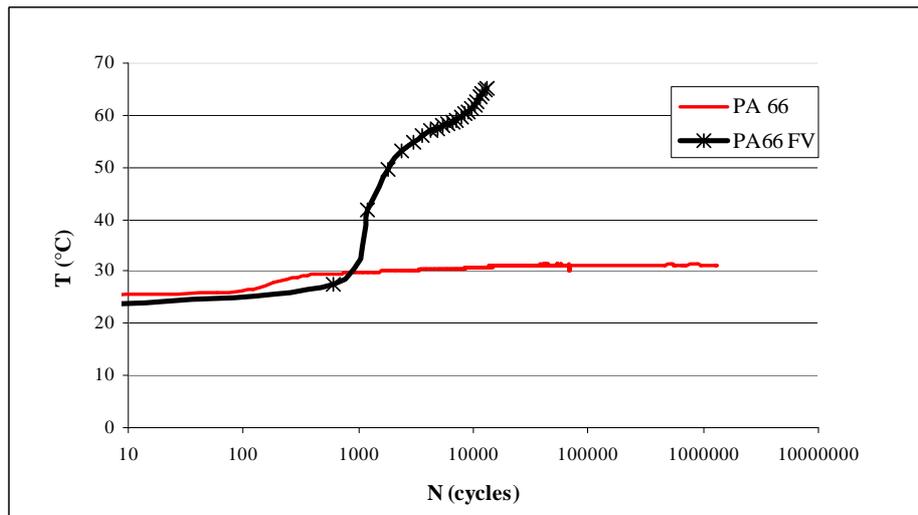


Figure 70 : Comparaison de la température de la surface d'une courbe de PA 66 avec son composite,

$\epsilon_0 = 0,019$, 10 Hz et 23°C

Dans les deux cas, la chute de contrainte est liée à l'augmentation de la température. Pour le composite en raison de la présence d'une interface fibre/matrice, l'auto-échauffement est plus fort que celui de la matrice seule. Les nano fissures créées aux extrémités de fibres sont les précurseurs des microfissures et induisent un amortissement plus important, et par conséquent un auto-échauffement plus grand. L'écart entre le nombre de cycles correspondant aux deux

augmentations de température signifie que l'amorçage de l'endommagement aux extrémités de fibres joue un rôle essentiel.

Est-ce que les défauts relaxés pendant l'interruption de l'essai sont de même nature que les microfissures qui coalescent dans les zones où la concentration de fibres est élevée ? Il est raisonnable de répondre positivement parce qu'à la fin du temps de repos de 20 minutes, juste avant la rupture finale, la contrainte induite à la reprise de l'essai est égale à la contrainte induite maximale initiale. La matrice est alors à l'état caoutchoutique et la mobilité moléculaire est suffisante pour permettre la fermeture/effacement des microvides.

Chapitre 5

5. Autoéchauffement et effet de la fréquence

5.1. Effet de la température sur le comportement mécanique instantané

5.1.1. Flexion 3 points

L'effet de la température sur la courbe contrainte-déformation a été étudié de 25 °C à 90 °C (Figure 71).

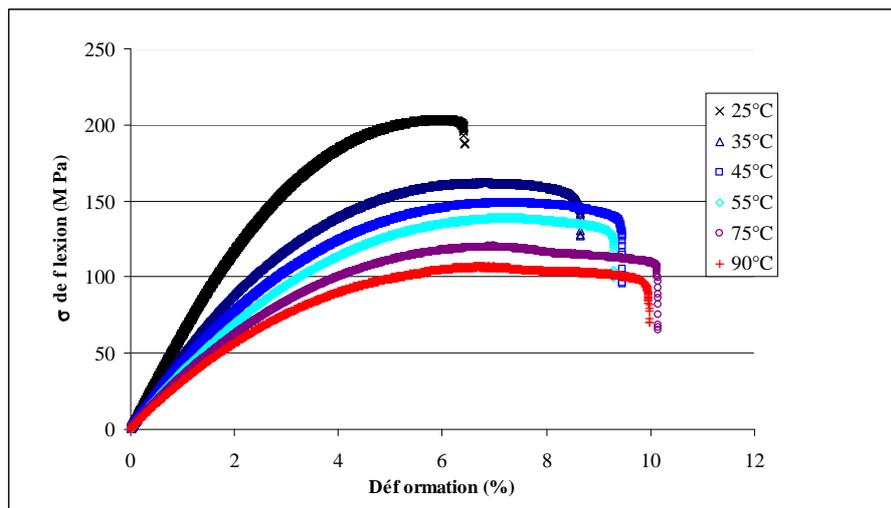


Figure 71 : Courbes contrainte-déformation à diverses températures en flexion trois points

En augmentant la température de l'essai, la déformation maximale du matériau augmente, la contrainte à la rupture et le module d'élasticité diminuent. Le changement le plus visible sur le

comportement du matériau se situe entre la température ambiante et la température de transition vitreuse. La plus grande variation de la déformation est de 4% quand on passe de la température ambiante à la température de transition vitreuse (55°C). Ensuite, quand la température augmente de 55 °C à 90°C, la variation de la déformation est inférieure à 1%.

Cette tendance est la même pour la contrainte à la rupture et pour le module. L'effet de la température sur le comportement mécanique du polymère est beaucoup plus important dans la zone de transition vitreuse par rapport à l'état caoutchoutique.

5.1.2. Traction uniaxiale monotone

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'un extensomètre sur le composite et sur la matrice seule (Figure 73). Ces essais sont interrompus avant la rupture.

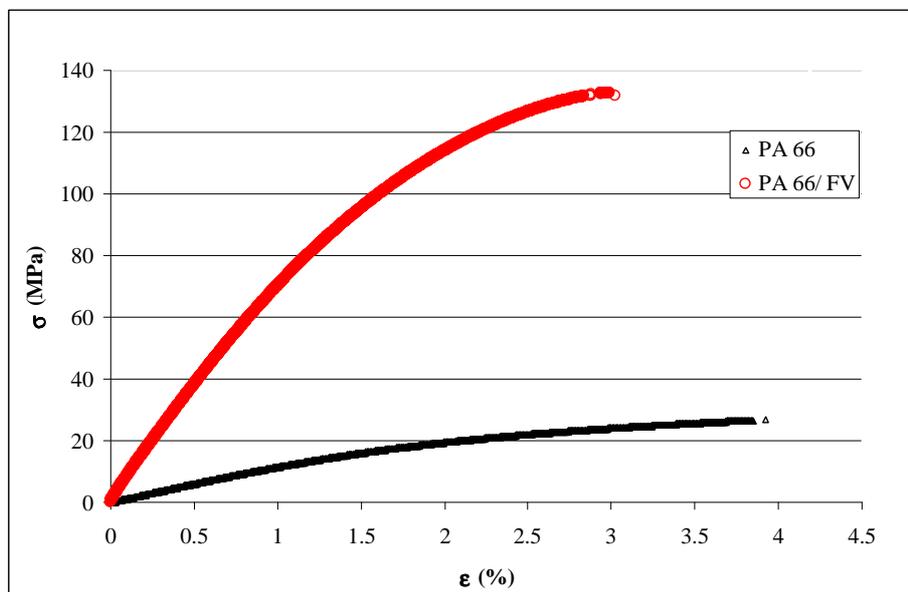


Figure 72 : Essais de traction avec l'extensomètre pour le PA 66 et son composite

On constate pour le composite un comportement assez linéaire jusqu'à 1% de déformation puis une déformation non-linéaire qui mène rapidement à une pente d'écrouissage quasi-horizontale.

La courbe de la matrice montre une première phase quasi-linéaire suivie d'une phase non-linéaire à pente quasi-horizontale. Il s'agit du mécanisme classique avec une partie viscoélastique relativement linéaire suivie de la déformation plastique de la phase amorphe.

Ensuite, les essais de traction pour la matrice toute seule en faisant varier la température, ont été effectués. Les éprouvettes sont conditionnées pendant 5 minutes à la même température avant le test (Figure 73).

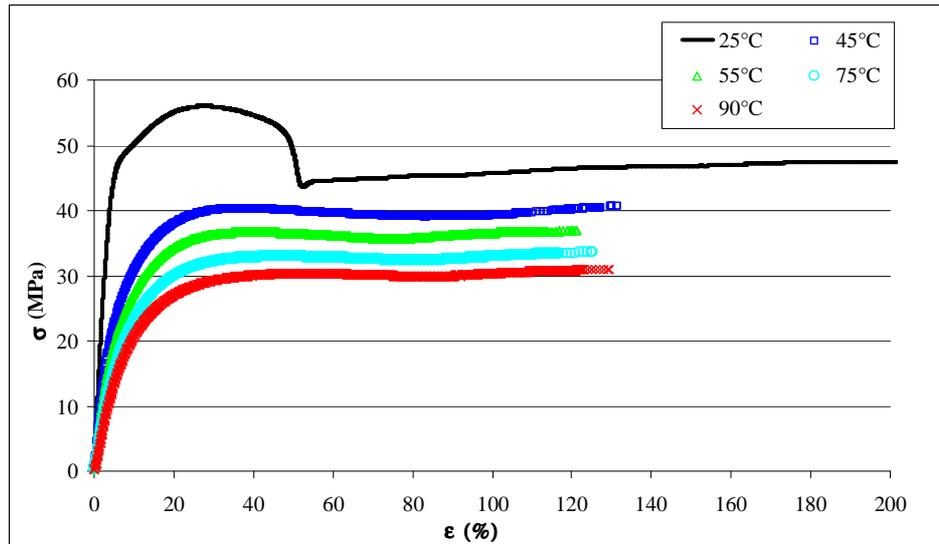


Figure 73 : Comportement de la matrice seule en fonction de la température de mesure

On observe une diminution du module d'élasticité et de la contrainte au seuil quand la température augmente.

Dans le cas de composite nous avons utilisé le même protocole. On observe une diminution du module avec la température et cette diminution est très importante après le passage de la température de transition vitreuse (Figure 74).

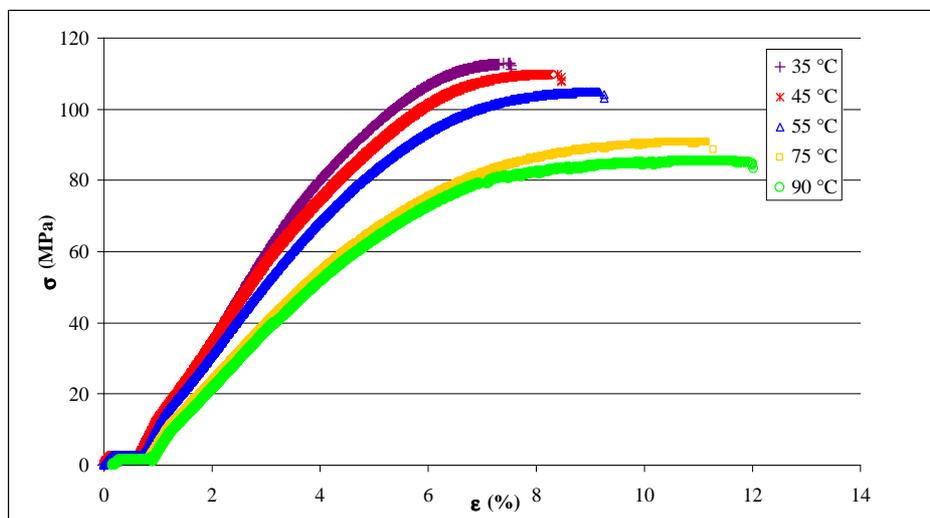


Figure 74 : Comportement du composite en fonction de la température de mesure

Après avoir réalisé les essais de traction de PA 66 (FV), les faciès de rupture sont observés au MEB (Figure 75).

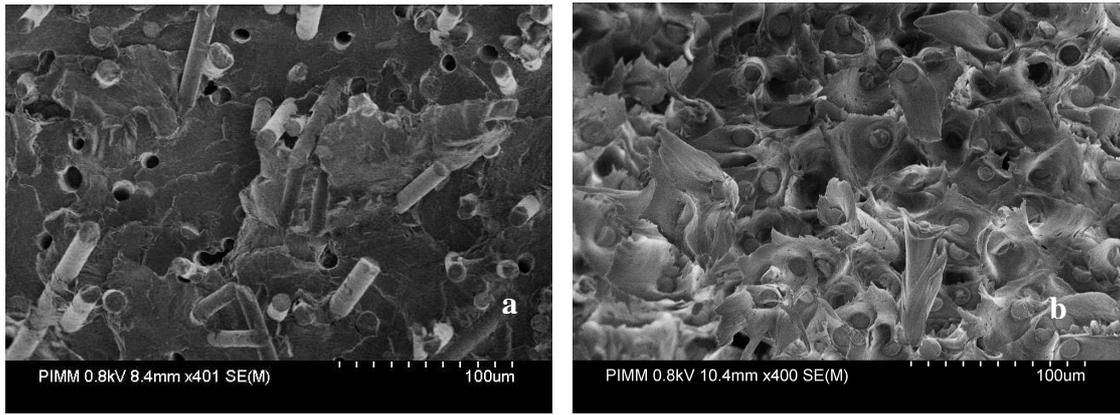


Figure 75 : Faciès de rupture du composite après essai de traction monotone,
(a) température ambiante et (b) 90°C

Quand on compare les faciès de rupture à température ambiante et à 90°C, on constate que la matrice reste autour des fibres. Ce phénomène existe pour tous les faciès de rupture et il est plus visible à 90 °C au dessus de la température de transition vitreuse, car la matrice est à l'état caoutchoutique.

Afin d'identifier les mécanismes d'amorçage menant à la rupture sous un chargement monotone en traction nous avons tracé la courbe de l'évolution de la zone autour des fibres en fonction de la température. Sur le faciès de rupture, **D** représente le diamètre de la fibre plus la couche de la matrice collée sur la fibre. Cette valeur est la moyenne de plusieurs mesures dans différentes zones du faciès de rupture. **d** est le diamètre des fibres (Figure 76).

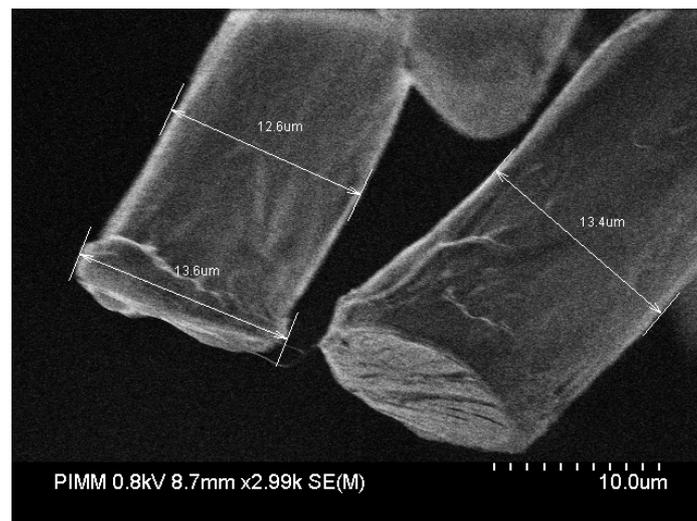


Figure 76 : Zone autour des fibres (de diamètre D) dans le faciès de rupture d'un essai de traction monotone
à 50 °C

La Figure 77 montre l'évolution du rapport D/d en fonction de la température ;

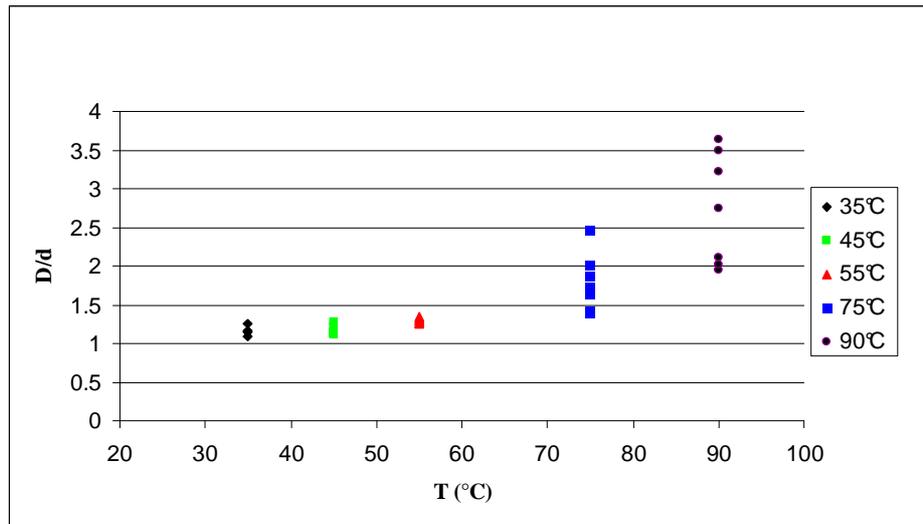


Figure 77 : Variation de D/d en fonction de la température en traction monotone, D est la dimension « diamètre fibre+Zone autour » et d est le diamètre des fibres

Cette figure montre que D/d reste relativement invariable et homogène jusqu'à 55°C ou bien jusqu'à la température de transition vitreuse. A partir de cette température, D/d augmente de façon significative avec une dispersion assez élevée. Comme la matrice est à l'état caoutchoutique, elle devient plus ductile et c'est la raison pour laquelle le rapport D/d augmente avec une élévation de la température.

5.2. Effet de l'auto-échauffement

5.2.1. Essais en flexion alternée

L'effet de l'auto échauffement a été étudié en flexion alternée pour une faible valeur de déformation appliquée, $\epsilon_0=0,017$. A l'aide d'une caméra infrarouge, la variation de température a été mesurée dans la zone la plus sollicitée. Elle présente exactement l'allure inverse de celle de la contrainte, Figure 78.

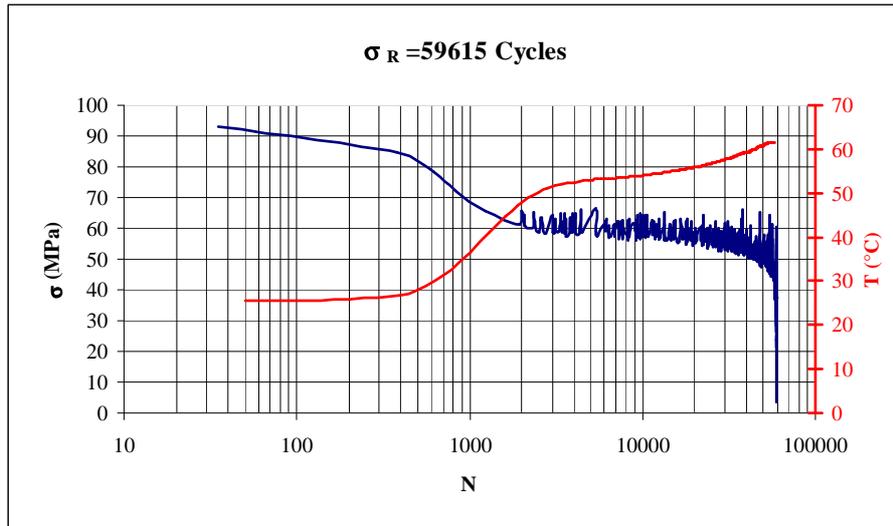


Figure 78 : Essai de fatigue en flexion alternée à 10 Hz et une faible déformation appliquée, $\epsilon_0=0,017$

Sur les courbes, on distingue quatre zones différentes. La première zone où la contrainte diminue très peu (92 à 84 MPa), la température augmente très peu de 25°C à 29°C. La chute brutale de la contrainte (84 à 60 MPa) est liée à une augmentation rapide de la température de 29°C à 50°C. Durant la troisième zone, la contrainte diminue encore un peu (60 à 55 MPa) et la température augmente très peu de 50°C à 56°C. La quatrième zone se situe juste avant la rupture. La contrainte diminue un peu plus rapidement de 55 à 45 MPa et la température augmente de 56°C à 62°C.

Ces variations de température sont une conséquence directe du caractère viscoélastique du matériau composite, comme le montre le spectre viscoélastique enregistré à 10 Hz, Figure 79. En raison du passage de la transition vitreuse, le module de perte E'' augmente entre 28°C et 53°C puis redécroit de façon monotone jusqu'à 100°C. Les chutes brutales de contrainte induite sont la conséquence de ce passage de la transition vitreuse. En effet, la puissance dissipée sous forme de chaleur, Q , à chaque cycle de sollicitation mécanique est proportionnelle au module de perte E'' , au carré de la déformation appliquée ϵ_0^2 (contrainte en traction-traction), et à la fréquence angulaire ω .

$$Q = -\frac{1}{2} \omega \epsilon_0^2 E'' \quad (44)$$

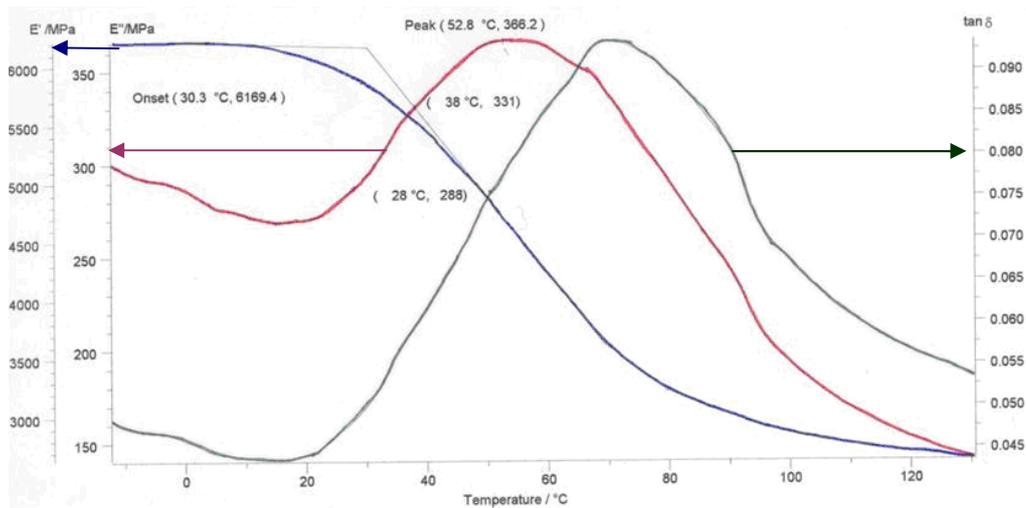


Figure 79 : Spectre viscoélastique du matériau composite enregistré en flexion à 10 Hz.

5.2.2. Essais en traction-traction

La Figure 80 montre la variation de la déformation et la température en fonction du nombre de cycles à 10 Hz et avec une contrainte appliquée de 68 MPa. Pour ces conditions, la rupture se produit environ $5,4 \cdot 10^4$ cycles. Sur cette courbe, on distingue 4 zones :

1. La première zone est une zone où la déformation induite augmente faiblement (environ 0,005) de même que la température de 27 à 30 °C. C'est une zone relativement courte, environ 1000 cycles.
2. La deuxième zone est une zone où il existe une augmentation forte de la déformation (environ 0,023). La température induite par l'auto-échauffement augmente parallèlement avec la déformation de 30 à 56 °C et le nombre de cycles dans cette zone ne dépasse pas 10 000.
3. La troisième zone est une zone relativement longue, environ 40 000 cycles. La déformation induite augmente très peu (environ 0,01) ainsi que la température due à l'auto-échauffement qui augmente approximativement de 4 °C.
4. La quatrième zone est une zone courte, le nombre de cycles est autour de 3 000 cycles, la déformation augmente encore très peu (environ 0,01) mais très vite et la température augmente de presque 4 °C.

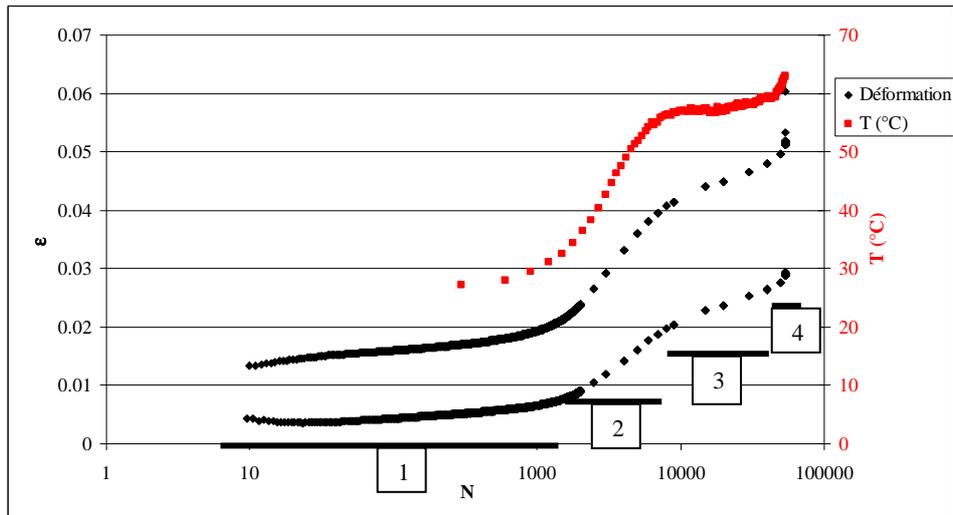


Figure 80 : Courbe de fatigue en traction-traction à 10 Hz et $\sigma_0 = 68\text{MPa}$

Le même comportement a été observé en flexion alternée, mais ici, l'augmentation de la température dans la phase 4 se produit dans un temps particulièrement court.

Il est intéressant d'étudier la variation du module d'Young pendant un essai. La Figure 81, présente la variation relative du module d'Young relatif ($\frac{E}{E_0}$) dans un essai de fatigue en traction-traction à 20 Hz avec une contrainte appliquée de 61 MPa.

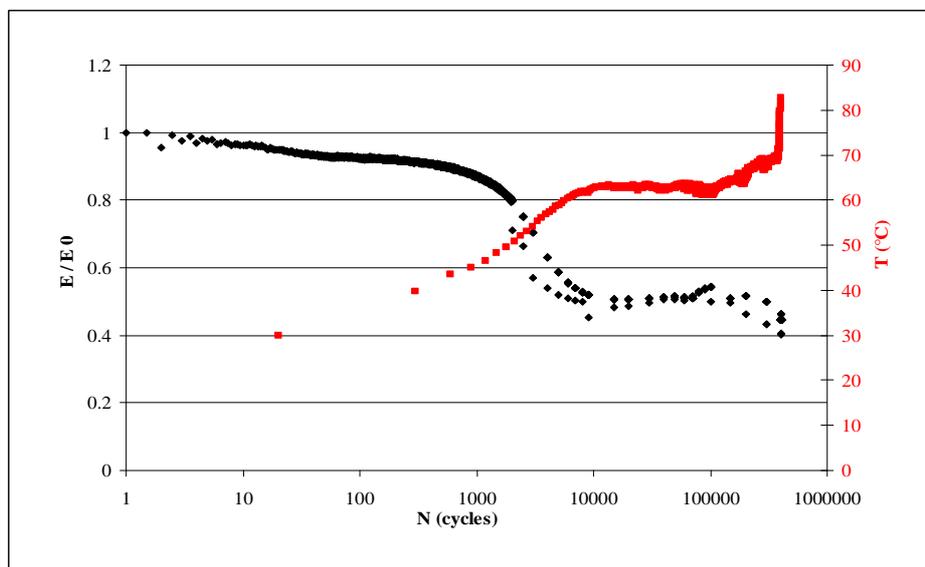


Figure 81 : Variation relative du module d'Young et de la température en fonction du nombre de cycles, $\sigma_0 = 61\text{MPa}$, 20 Hz, 23°C et 50%HR

Comme la valeur de la contrainte appliquée n'est pas trop forte, la durée de vie est plus longue donc les différentes zones sont distinguées plus facilement. On observe 5 zones, la première diminution de la valeur relative du module d'Young avant 1000 cycles est liée à l'augmentation de la température jusqu' à 40 °C, ensuite une forte diminution s'accompagne d'une augmentation forte de la température. Lorsque la valeur relative du module d'Young reste stable, la température due à l'auto-échauffement reste stable à 62°C. A la fin de 3^{ème} zone et au début de la 4^{ème} zone quand les fissures commencent à coalescer, la valeur relative du module diminue et la température augmente de 60 à 70°C. Finalement juste avant la rupture, dans la phase très rapide de propagation des fissures, phase 5, la variation de la valeur relative du module continue à diminuer et la température augmente très vite jusqu'à 83 °C. On observe bien une différence de niveaux pour l'augmentation de la température entre la quatrième et la cinquième zone due à l'auto-échauffement provoqué par un amortissement supplémentaire des fissures qui coalescent. C'est la même chose pour les essais de fatigue à 10 Hz quand on atteint la rupture avec une durée de vie plus élevée.

5.3. Effet de la fréquence lors des essais de fatigue en flexion alternée

5.3.1. Choix des fréquences

Pour le polyamide 66 (FV) l'effet de la fréquence a été vérifié. Une étude préliminaire nous a montré que :

- 1) Une fréquence faible (2 Hz) ne provoque qu'un auto- échauffement assez faible (cas de flexion alternée).
- 2) Une fréquence élevée (20 Hz) permet de limiter la durée de vie.
- 3) Une fréquence moyenne (10 Hz) pour observer l'effet d'un auto- échauffement plus fort.

Nous avons approfondi cette étude avec les objectifs suivants :

- 4) Identifier la limite d'endurance pour ces trois fréquences. Ceci nous permet de déterminer le rôle de la fatigue thermique sur la durée de vie.
- 5) Identifier les paramètres de modélisation pour trois fréquences.

5.3.2. Essais de fatigue à diverses fréquences

La Figure 82 présente la variation de contrainte en fonction du nombre cycles pour trois fréquences différentes et une même déformation appliquée ;

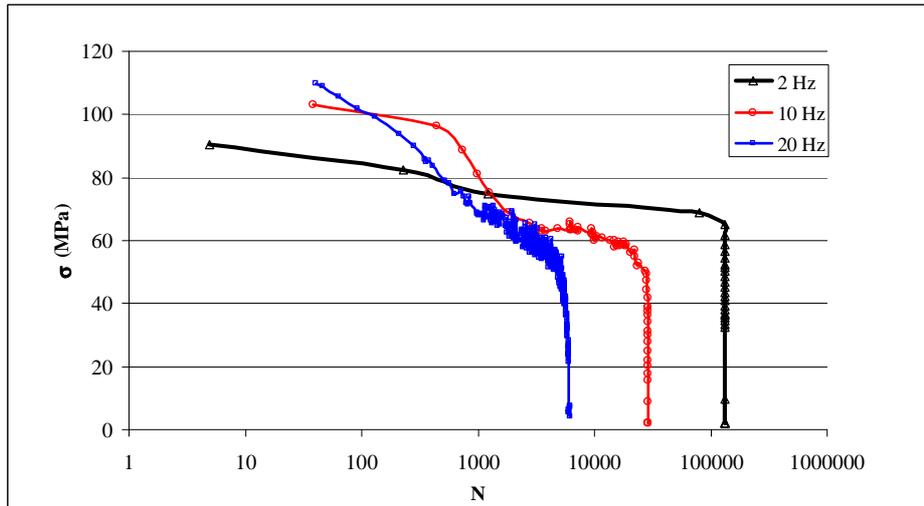


Figure 82 : Variation de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour les trois fréquences à une déformation appliquée $\epsilon_0=0,017$, 23 °C et 50% HR

On observe qu'en augmentant la fréquence de 2 à 20 Hz la durée de vie diminue et l'allure de la courbe change. Avec une camera infrarouge nous avons mesuré la température de surface de la partie la plus sollicitée des éprouvettes (Figure 83, Figure 84 et Figure 85). A partir de ces résultats nous pouvons faire les commentaires suivants :

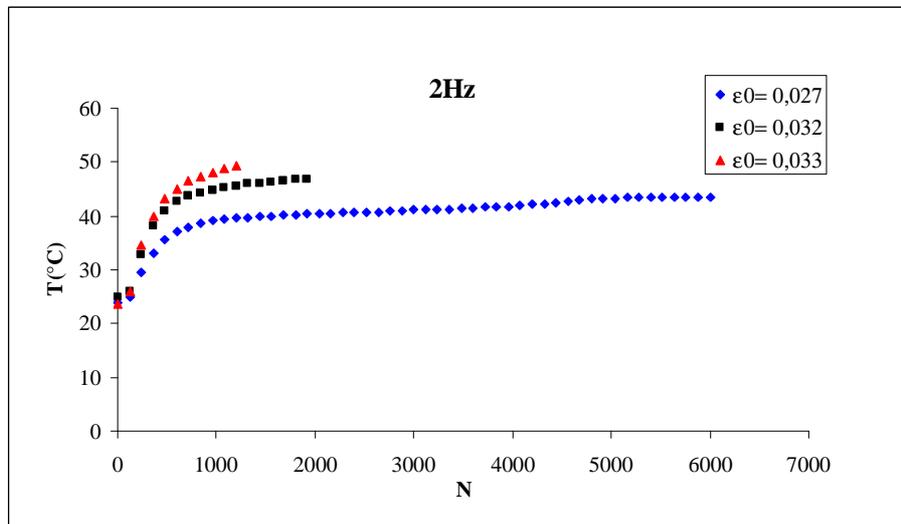


Figure 83 : Variation de la température de surface de l'éprouvette en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 2 Hz et 50%HR.

A la fréquence de 2 Hz, on observe qu'une augmentation de l'amplitude de la déformation jusqu'à 0,033 entraîne une augmentation de la température et diminue la durée de vie.

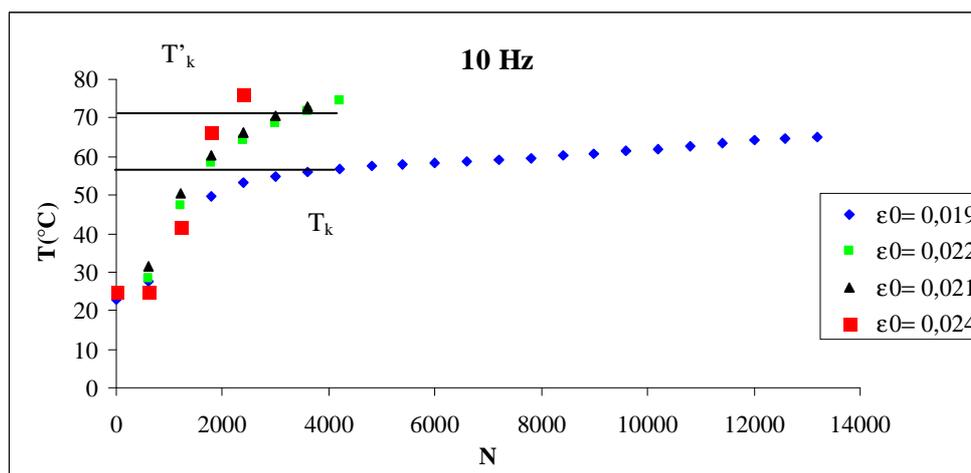


Figure 84 : Variation de la température de surface d'échantillon en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 10 Hz et 50%HR

Dans le cas des essais à 10 Hz, nous avons les mêmes résultats cependant pour une même amplitude de déformation, la température est plus élevée. Pour des valeurs élevées d'amplitude de déformation, la contrainte maximale induite devient très élevée donc la fatigue mécanique gouverne la durée de vie. La vitesse d'augmentation de la température est encore plus élevée mais on atteint la rupture avant d'arriver à la température maximale.

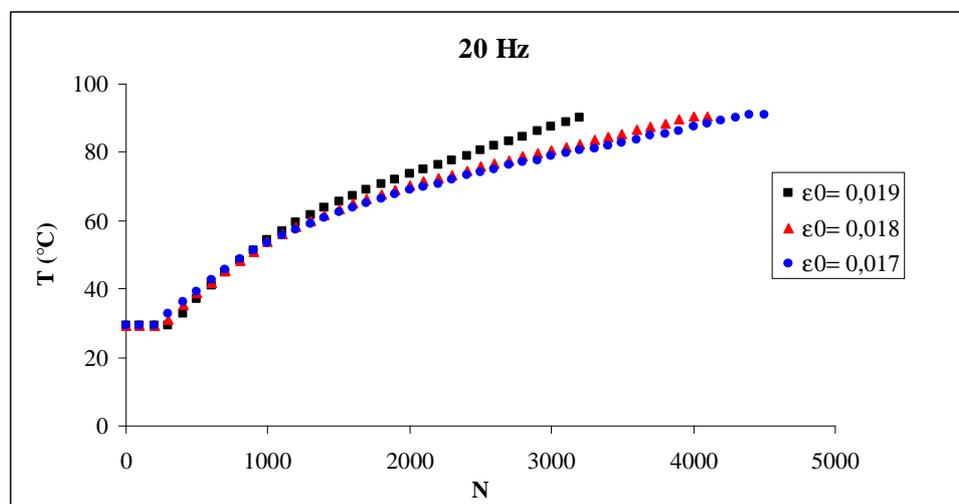


Figure 85 : Variation de la température de surface de l'éprouvette en fonction du nombre de cycle, pour les différentes amplitudes de sollicitation à 20 Hz et 50%HR

A 20 Hz la tendance reste la même. La rupture est observée rapidement pour les déformations supérieures à 0,019 et la mesure de la température devient difficile. La température maximale pour les déformations de 0,017 à 0,019 est presque la même mais le nombre de cycles pour atteindre cette température est différent.

Comme on peut l'observer sur les figures ci-dessus, à basse fréquence, la température de l'éprouvette tend à se stabiliser même pour de fortes déformations. Pour des fréquences plus élevées on observe que l'apparente stabilisation de la température est atteinte pour de plus faibles déformations. Ranter [129] et zilvar [130] ont étudié largement l'équilibre thermique. Ils ont rapporté que la Perte du travail W'' est égale à la chaleur dissipée Q^+ dans le matériau et l'équilibre thermique avec le milieu environnant s'effectue principalement par convection.

Ils ont aussi indiqué deux domaines d'équilibre thermique qui sont séparés par une zone de d'instabilité thermique dans laquelle il est impossible d'observer une stabilisation de la température de l'éprouvette. La température T'_k est la limite supérieure de la zone d'instabilité thermique et la température T_k est la limite inférieure de cette zone (Figure 84).

On observe que cette zone ne peut pas exister si on mesure la température jusqu'à la rupture. De plus, sa dimension varie avec la fréquence.

La Figure 86 représente les températures maximales obtenues en fonction de déformation appliquée aux trois fréquences.

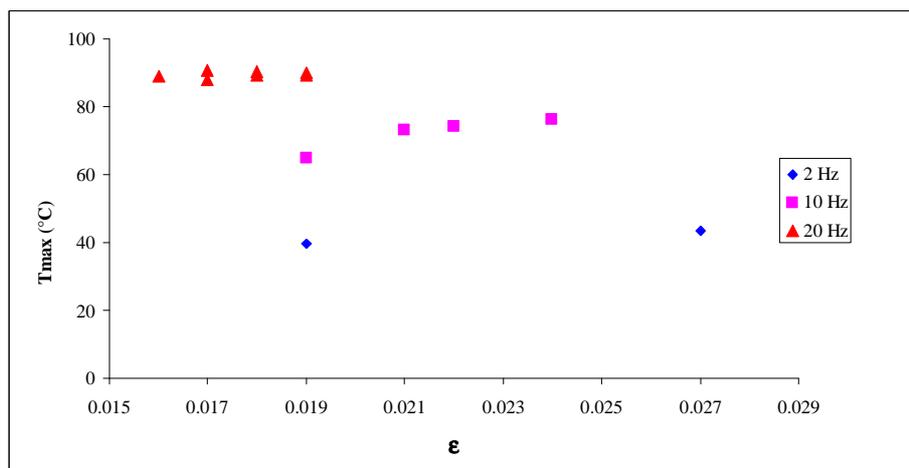


Figure 86 : Effet de la fréquence sur la température maximale aux différentes amplitudes de la déformation

On constate bien que : T_{\max} à 2 Hz < T_{\max} à 10 Hz < T_{\max} à 20 Hz

Le nombre de cycles de sollicitations mécaniques par seconde augmente donc l'énergie totale dissipée sous forme de chaleur par unité de temps est plus élevée [40,131,132]. On observe une stabilité de la température maximale lorsque les amplitudes de déformation sont très proches. Dans le cas d'un test à basse fréquence (2 Hz) la température maximale de l'éprouvette est obtenue pour des déformations plus importantes ($\epsilon_0 = 0,027$). Ce n'est pas le cas pour les tests à haute fréquence (20 Hz). Nous avons comparé la température induite par l'auto-échauffement

pour trois fréquences (2, 10 et 20Hz) et une même valeur de déformation ($\epsilon_0 = 0.019$) en flexion alternée. (Figure 87).

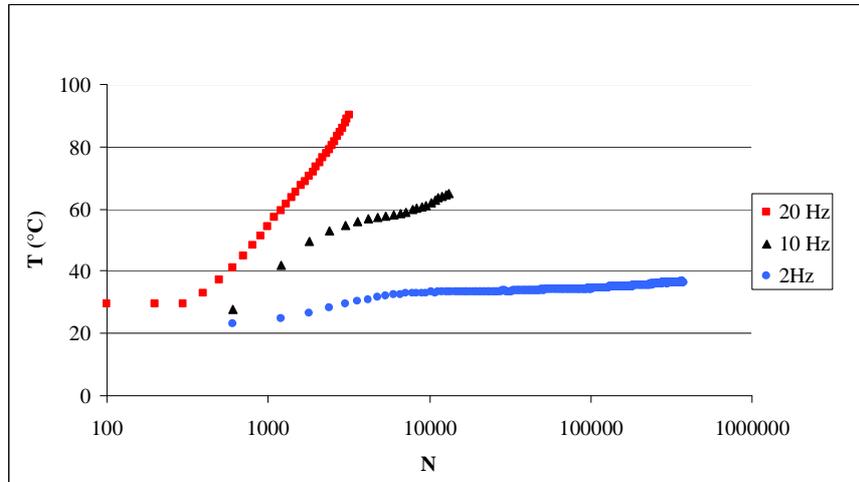


Figure 87 : Température induite par l'auto-échauffement en flexion alternée pour les fréquences de 2Hz, 10Hz et 20 Hz, $\epsilon_0 = 0,019$, 50%HR

La température augmente pour les trois fréquences. A 20 Hz, elle augmente jusqu'à 90°C (la rupture). A 10 Hz et 2 Hz, elle augmente rapidement puis plus lentement jusqu'à 65°C (essai à 10 Hz) et 45°C (essai à 2 Hz).

5.3.3. Tracé des courbes de Wöhler

- **Matrice pure (PA 66)**

La courbe de Wöhler à 10Hz a été établie. Après avoir établi la courbe de Wohler à 10 Hz, une série d'essais de fatigue a été effectuée à la fréquence de 20 Hz pour montrer l'effet de l'augmentation de la fréquence sur la matrice (Figure 88).

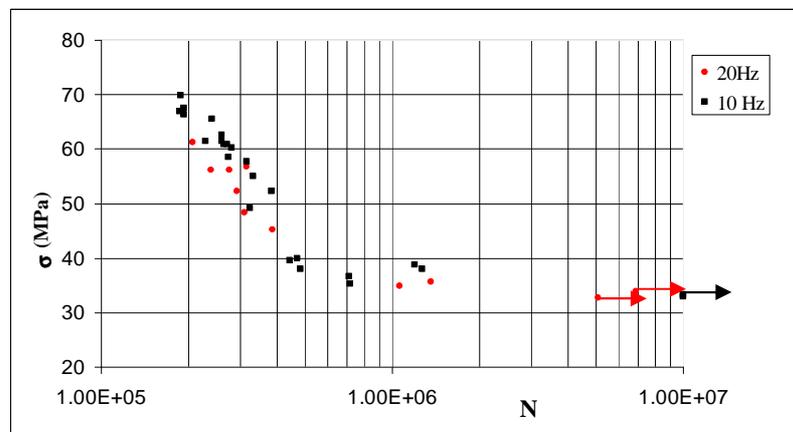


Figure 88 : Courbe de Wöhler du Polyamide 66 à 10 et 20 Hz, 23°C, 50%HR, et $\sigma_\infty = 35$ MPa

Après avoir superposé deux courbes de Wöhler à 10 et 20 Hz, on constate qu'en augmentant la fréquence, la durée de vie diminue ; la courbe à 20Hz est en dessous de la courbe à 10Hz. Cependant les deux courbes ont presque la même allure. La vitesse d'augmentation de la température due à l'auto-échauffement augmente avec l'augmentation de fréquence.

- **Composite (PA 66/FV)**

Pour le matériau composite nous avons choisi les mêmes fréquences, 2Hz, 10 Hz et 20 Hz. Les deux derniers essais à la déformation de 0,8 % sont les essais pour lesquels on n'observe pas la rupture. Ils ont été interrompus à partir de $N > 10^7$ cycles (Figure 89 et Figure 90).

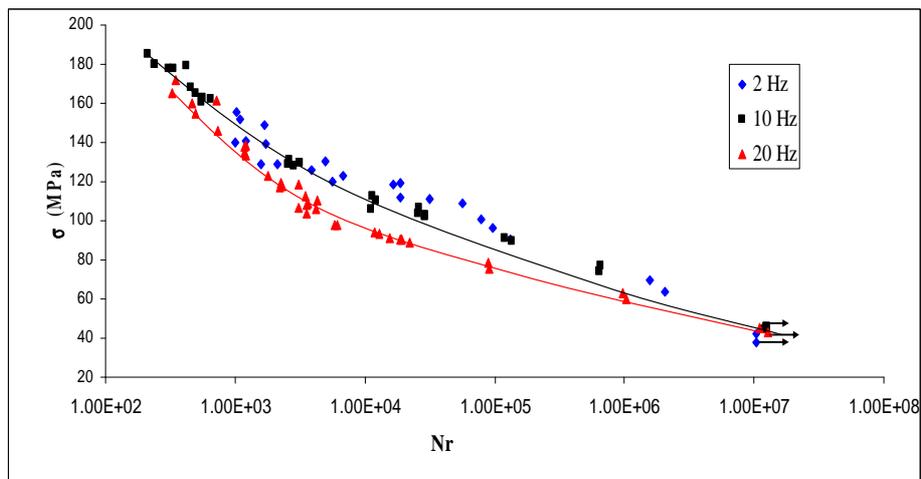


Figure 89 : Courbe de Wöhler, contrainte induite en fonction du nombre de cycles aux différentes fréquences, $\sigma_{\infty 2 \text{ Hz}} = 42 \text{ MPa}$, $\sigma_{\infty 10 \text{ Hz}} = 44 \text{ MPa}$, $\sigma_{\infty 20 \text{ Hz}} = 45 \text{ MPa}$

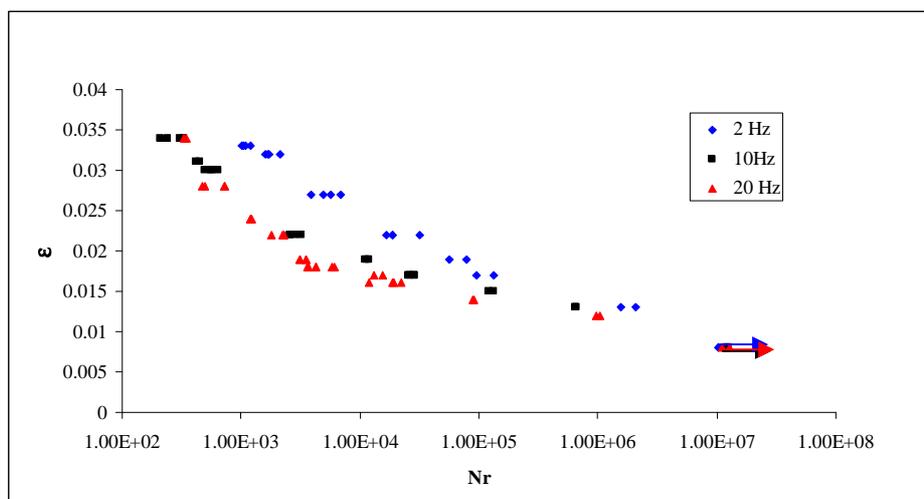


Figure 90 : La déformation en fonction du nombre de cycle aux différentes fréquences, $\epsilon_{\infty} = 0,008$

En augmentant la fréquence la durée de vie diminue. Les courbes de Wöhler à 2 et 10 Hz sont superposables mais à 20 Hz on observe une allure différente. Dans le cas du composite, on observe un endommagement supplémentaire à l'interphase fibre/matrice. Lorsque la liaison matrice fibre est faible, elle peut être à l'origine d'une source supplémentaire de dissipation d'énergie. Nous avons observé que pour un même état de contrainte, la température de surface augmente avec l'augmentation de la fréquence. On considère que la limite d'endurance est peu sensible à l'effet de la fréquence.

5.3.4. Variation de σ_{\max} et du rapport σ_{\max}/ϵ_0 avec la fréquence

A partir de la courbe de Wöhler en flexion alternée, nous avons pu tracer la contrainte initiale maximale en fonction de la déformation appliquée (Figure 91).

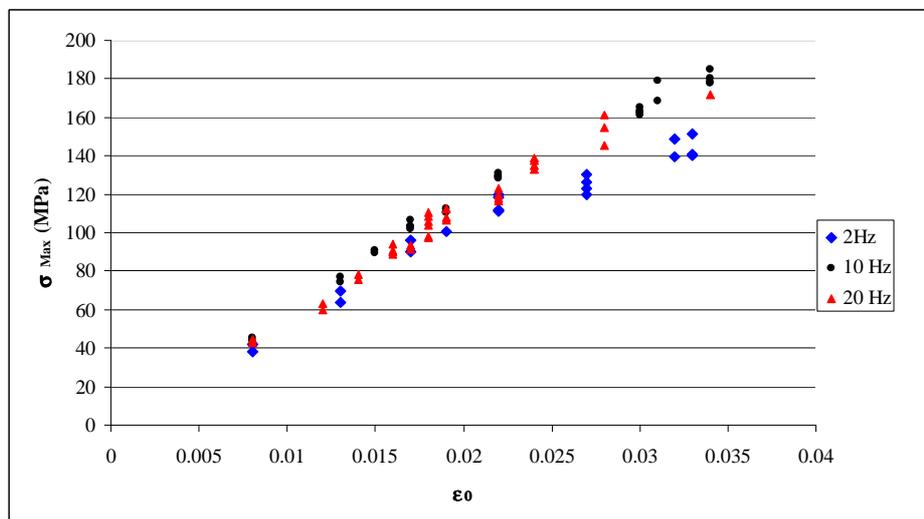


Figure 91 : Contrainte maximale induite en fonction de la déformation appliquée en fatigue,

10 Hz, 23 °C, 50% HR

On constate que la contrainte maximale induite augmente avec la valeur de déformation appliquée. La relation entre la contrainte maximale et la déformation appliquée, pour les hautes fréquences (10 Hz et 20 Hz), est une relation linéaire. Les courbes de 10 Hz et 20 Hz se superposent bien mais il y a une divergence pour la fréquence de 2 Hz à partir de la valeur de $\epsilon_0 = 0,022$.

Pour pouvoir comparer les fréquences élevées (10Hz et 20Hz) et la fréquence faible (2Hz) nous avons regroupé les résultats pour les trois fréquences sur le diagramme de σ_{\max}/ϵ_0 en fonction de N (Figure 92). A 2 Hz comme la vitesse de sollicitation n'est pas très grande, la température de l'auto-échauffement a un rôle plus important au début de la courbe.

Quand N est supérieur à $2 \cdot 10^4$ cycles à rupture, la fréquence n'a pas d'effet sur le rapport σ_{\max}/ϵ_0 . Quand N est inférieur à cette valeur de $2 \cdot 10^4$ cycles, l'auto-échauffement gouverne la durée de vie en fatigue et cet effet est d'autant plus grand que la fréquence est plus faible. La température maximale du matériau est d'autant plus élevée que la fréquence de sollicitation est plus élevée : à 10 Hz elle est égale à 70°C et à 20 Hz à 91°C mais cette valeur maximale de température correspond au même nombre de cycles à rupture. A 2 Hz quand le rapport σ_{\max}/ϵ_0 augmente, la température maximale induite par l'auto-échauffement diminue. À 10 Hz et 20 Hz, quand le rapport σ_{\max}/ϵ_0 augmente, cette température maximale augmente jusqu'au seuil de 2200 cycles puis diminue.

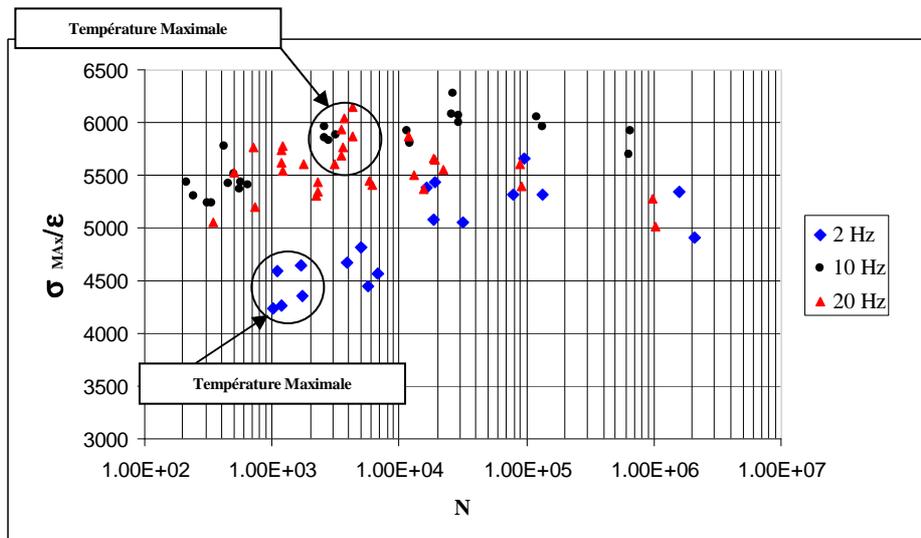


Figure 92 : Comparaison des évolutions du rapport σ_{\max}/ϵ_0 en fonction du nombre de cycles à la rupture aux trois fréquences étudiées

5.4. Effet de la fréquence lors des essais de fatigue en traction-traction

5.4.1. Tracé des courbes de Wöhler

La courbe de Wöhler des éprouvettes sollicitées à 10 Hz, est présentée sur la (Figure 93). La limite d'endurance correspondant à un nombre de cycles à rupture supérieur à 10^7 cycles est égale à 50 MPa.

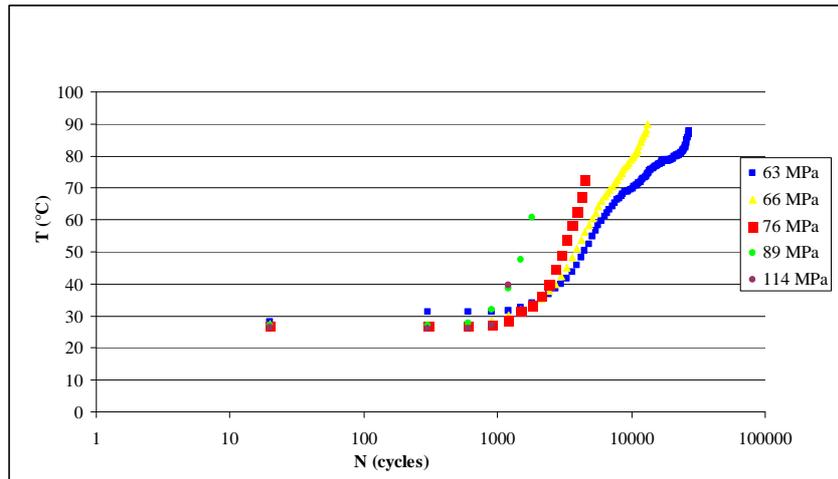


Figure 94 : Evaluation de la température à 20 Hz en traction-traction

Comme pour les essais en flexion alternée, pour les valeurs de contrainte appliquée les plus élevées, la vitesse d'augmentation de la température est très grande mais comme c'est la fatigue mécanique qui gouverne la rupture, la température ne peut pas atteindre une valeur élevée avant la rupture (environ 40°C). Ensuite pour des valeurs de contrainte plus faibles jusqu'à 66 MPa la température augmente jusqu'à 91 °C et la rupture est une combinaison de rupture mécanique et thermique. Enfin, pour les valeurs faibles, la température augmente plus lentement mais atteint 89°C.

5.4.2. Variation de la température maximale et du nombre de cycles à rupture avec la fréquence

Les essais sont effectués à la température ambiante aux différentes fréquences (20 à 60 Hz). Le choix de l'amplitude de contrainte appliquée est très important. Si l'amplitude de contrainte est grande, la machine n'est pas capable de faire les essais à haute fréquence et si l'amplitude de contrainte est faible, la rupture ne se produira pas pour les petites fréquences et les fréquences moyennes.

Après avoir optimisé l'amplitude de contrainte à appliquer ($\sigma_{\max} = 72$ MPa, $\sigma_{\min} = 21$ MPa) (Figure 95). A 60 Hz, la durée de vie est très courte et est gouvernée par la fatigue thermique. Entre 50 Hz et 20 Hz, le nombre de cycles à rupture décroît linéairement avec la fréquence ; toutefois, la température maximale est stable entre 60 et 40 Hz.

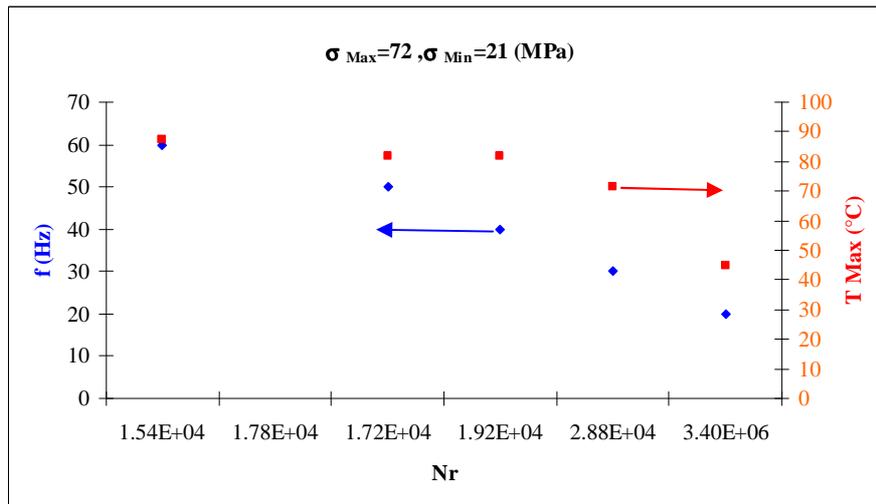


Figure 95 : Variation de la fréquence (60 à 20 Hz) et de la température maximale en fonction du nombre de cycles

Pour les grandes fréquences (60 à 40 Hz) nous observons un couplage de la fatigue thermique et la fatigue mécanique et pour les fréquences basses (20 à 30 Hz), il y a seulement un effet de la fatigue mécanique c'est-à-dire la température pour les fréquences basses ne joue pas un rôle déterminant.

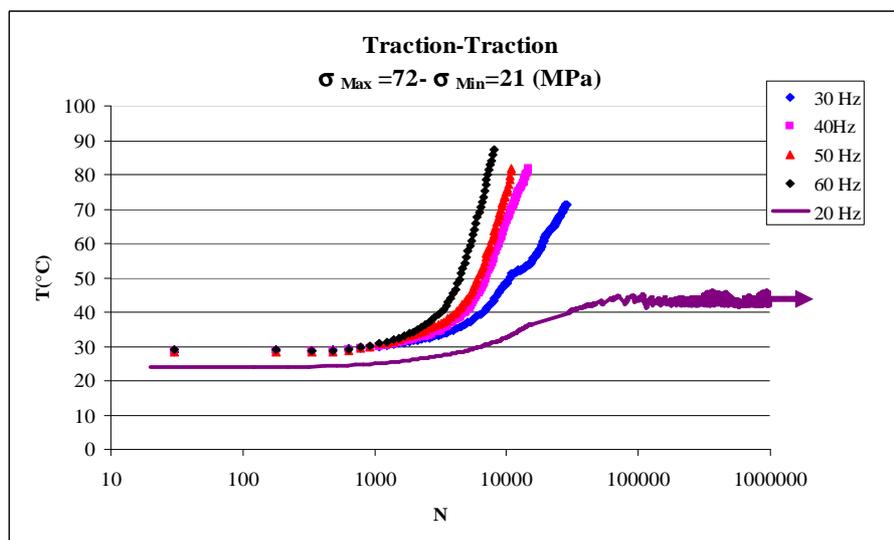


Figure 96 : Température induite par l'auto-échauffement à diverses fréquences, de 20 à 60 Hz,

$$\varepsilon = 0,019, 50\%HR$$

En traction-traction, la température augmente indéfiniment jusqu'à rupture pour les fréquences de 30Hz à 60Hz (Figure 96). A 20 Hz, une allure de courbe analogue à celle des courbes obtenues en flexion alternée à 2Hz et 10 Hz est constatée. La température maximale atteinte est modérée, 35°C.

Chapitre 6

6. MODELISATION

6.1. Test de flexion alternée

Le test de flexion alternée consiste à imposer une déformation représentée par un angle θ exprimé en degrés et à mesurer, pour cet angle, le nombre de cycles $N(\theta)$ pour lequel on atteint la rupture de l'échantillon.

On peut considérer ce test de flexion alternée comme une suite d'essais correspondant chacun à une valeur de θ . Sachant, pour un angle donné, à quel nombre de cycles intervient la rupture, on peut s'intéresser à la formation des micro-défauts (induits par l'application répétée de la déformation) qui donne lieu à cette rupture.

6.2. Modèle pour la vitesse de formation des micro-défauts [132]

On dispose d'un modèle expérimental pour étudier la vitesse de formation des micro-défauts. Le modèle dont on dispose est valable pour les deux hypothèses suivantes :

- I) Aucun défaut n'est créé lorsque la déformation appliquée est inférieure à la limite d'endurance.
- II) Les micro-défauts (micro- fissures) dans le matériau s'accumulent jusqu'à la rupture de celui-ci (Figure 97).

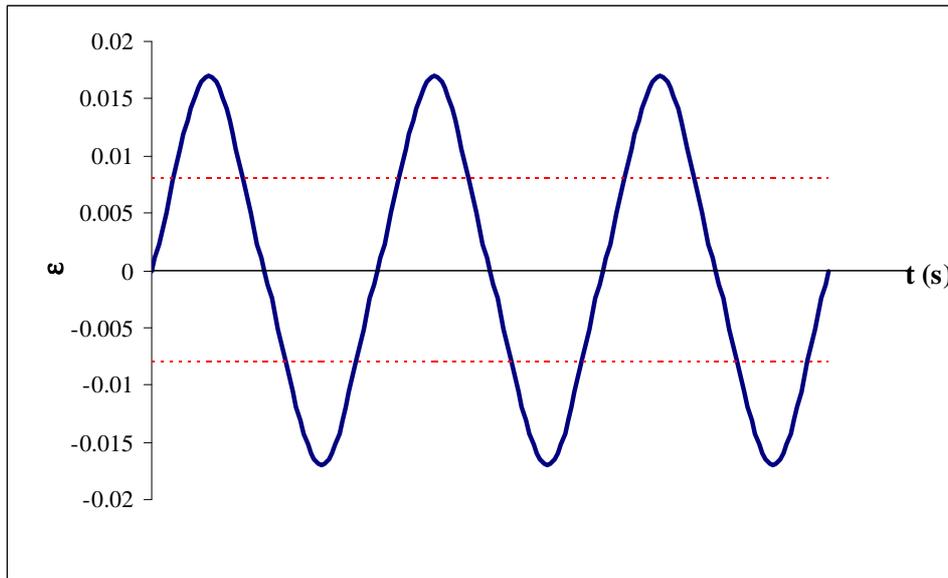


Figure 97 : Flexion alternée, ϵ_0 (—) est la déformation maximale et ϵ_∞ (- - -) est limite d'endurance

Un modèle cinétique, basé sur les hypothèses ci-dessus, est proposé par Baltenneck et al. [68] avec des données expérimentales pour 2 thermoplastiques, le polystyrène et le polycarbonate :

$$\frac{df}{dt} = A(\epsilon_0 \cos(\omega t) - \epsilon_\infty)^m \quad (45)$$

Avec, $\frac{df}{dt}$: la vitesse de formation des micro-défauts.

ϵ_0 : la valeur maximale de la déformation appliquée.

ω : la fréquence angulaire.

ϵ_∞ : la limite d'endurance, avec $0 < \epsilon_\infty \leq \epsilon_0$.

A , m sont deux constantes positives que l'on détermine grâce aux résultats expérimentaux.

Ce modèle a été validé pour la tenue en fatigue de plusieurs thermoplastiques dont le polystyrène pour un grand nombre de cycles à rupture c'est-à-dire pour une déformation appliquée proche de la limite d'endurance. On sait que :

$$N = \frac{t\omega}{2\pi} \quad (46)$$

La déformation appliquée lors du test en flexion alternée est $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t)$.

Soit t_c le plus petit instant critique tel que $t \geq 0$ et $\varepsilon(t_c) = \varepsilon_\infty$. Nous avons alors :

$$\varepsilon_0 \cos(\omega t_c) = \varepsilon_\infty \quad (47)$$

On en déduit donc que

$$t_c = \frac{1}{\omega} \arccos\left(\frac{\varepsilon_\infty}{\varepsilon_0}\right) \quad (48)$$

On appelle intervalle critique, le segment $[-t_c, t_c]$.

- **Détermination des micro-défauts à l'instant t :**

Si on intègre la relation (45) sur l'intervalle critique $[-t_c, t_c]$, on obtient alors,

$$f(t_c) - f(-t_c) = A \int_{-t_c}^{t_c} (\varepsilon_0 \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt \quad (49)$$

De plus, on peut remarquer grâce à la relation (45) que la fonction $t \longrightarrow df/dt(t)$ est paire.

Donc, f est impaire et on peut alors affirmer que

$$f(t_c) = \frac{A}{2} \int_{-t_c}^{t_c} (\varepsilon_0 \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt \quad (50)$$

Si on connaît les paramètres A et m , alors on peut calculer numériquement l'intégrale ci-dessus pour déterminer la valeur de f sur intervalle $[-t_c, t_c]$.

- **Détermination des paramètres A et m :**

En supposant que l'on connaisse à un instant t_0 vitesse déformation des défauts $\left(\frac{df}{dt}\right)_{t=t_0} = v_0$

On obtient alors,

$$v_0 = A(\varepsilon_0 \cos(\omega t_0) - \varepsilon_\infty)^m \quad (51)$$

Ainsi,

$$|v_0| = A \left| \varepsilon_0 \cos(\omega t_0) - \varepsilon_\infty \right|^m \quad (52)$$

Finalement, on obtient :

$$\ln|v_0| = \ln A + m \ln | \varepsilon_0 \cos(\omega t_0) - \varepsilon_\infty | \quad (53)$$

Cette dernière égalité donne une relation entre les paramètres A et m , cependant, la relation ainsi obtenue dépend du point t_0 pour lequel on sait calculer la vitesse de formation des micro-défauts. Si on trace $\ln|v_0| = \ln A + m \ln | \varepsilon_0 \cos(\omega t_0) - \varepsilon_\infty |$, on va obtenir une droite. La pente de cette droite est m et l'ordonnée à l'origine $\ln A$. On peut ainsi déterminer m et A .

6.3. Courbe de Wöhler expérimentale et calculée

Une série d'essais en flexion-alternée permet d'établir une liste de valeurs pour ε_0 une liste pour le nombre de cycles à rupture (N) et la limite endurance (ε_∞).

Lors d'un essai de fatigue, l'évolution du matériau est gouvernée par la création des micro-défauts qui s'accumulent donc :

$$F = Nf \quad (54)$$

Avec, F : la concentration de micro-défauts après N cycles.

f : la concentration des micro-défauts par cycle.

N : le nombre de cycles.

Au cours d'un essai de flexion-alternée, pour un angle θ_0 donné, on mesure la déformation maximale ε_0 et le nombre de cycles à la rupture, noté ici N_R . La relation (46) à l'instant de la rupture, noté t_R , donne :

$$N_R = \frac{t_R \omega}{2\pi} \quad (55)$$

L'instant t_R de la rupture est connu et déterminé par :

$$t_R = \frac{2\pi N_R}{\omega} \quad (56)$$

Posons ensuite ;

$$I_R = \int_{-t_R}^{t_R} (\varepsilon_0 \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt \quad (57)$$

Alors en intégrant la relation (45) sur le segment $[-t_R, t_R]$, on obtient :

$$f(t_R) - f(-t_R) = 2f(t_R) = AI_R \quad (58)$$

De plus, la relation (54) à l'instant t_R de la rupture donne :

$$F_R = N_R f(t_R) \quad (59)$$

avec, F_R : la concentration de micro-défauts à l'instant de la rupture.

En considérant les relations (58) et (59) et on obtient :

$$N_R = \frac{2F_R}{AI_R} \quad (60)$$

Autrement dit,

$$N_R = \frac{2F_R}{A} \frac{1}{\int_{-t_R}^{t_R} (\varepsilon_0 \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt} \quad (61)$$

Cette dernière relation permet de calculer numériquement la courbe théorique.

6.4. Méthode numérique

A l'aide de la méthode **Quad** sous Matlab®, nous avons pu calculer l'intégrale I_R numériquement.

$$q = \int_a^b f(x) dx \quad (62)$$

Avec q : (quad fun, a , b),

quad fait une intégration de fonction de a à b avec une erreur finale déterminer par la méthode de moindre carré $J(x)$.

6.5. Optimisation

La courbe expérimentale (ε_0, N) est l'ensemble des points (ε_0^i, N^i) où ε_0^i désigne la déformation maximale du i -ième essai de notre test et N_i le nombre de cycles à la rupture mesuré lors du i -ième test.

On détermine la courbe théorique (ε_0, N) grâce à la relation (6).

Le i -ième point de la courbe théorique sera (ε_0^i, N_R^i) où :

$$N_R^i = \frac{2F_R}{A} \frac{1}{\int_{-t_R}^{t_R} (\varepsilon_0^i \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt} \quad (63)$$

Cette dernière relation définit une fonction

$$N_R^i : \left(\frac{F_R}{A}, m\right) \rightarrow \frac{2F_R}{A} \frac{1}{\int_{-t_R}^{t_R} (\varepsilon_0^i \cos(\omega t) - \varepsilon_\infty)^m dt} \quad (64)$$

Où les inconnues sont $\frac{F_R}{A}$ et m .

Notons μ_i la distance entre le i -ième point de la courbe expérimentale et le i -ième point de la courbe théorique. On obtient :

$$\mu_i^2 = (N_R^i)^2 - (N^i)^2 \quad (65)$$

Ainsi, on peut voir la quantité μ_i comme une fonction des variables $\frac{F_R}{A}$ et m . C'est-à-dire :

$$\mu_i^2 : \left(\frac{F_R}{A}, m\right) \rightarrow \left(N_R^i\left(\frac{F_R}{A}, m\right)\right)^2 - (N^i)^2 \quad (66)$$

Pour déterminer les inconnues $\frac{F_R}{A}$ et m , on utilise la méthode des moindres carrés.

On cherche les paramètres $\frac{F_R}{A}$ et m tels que la quantité $\sum_i \mu_i^2$ soit minimale à l'aide du logiciel de calcul numérique Matlab®. Une fois les paramètres $\frac{F_R}{A}$ et m déterminés numériquement par une méthode d'optimisation, on est en mesure de calculer numériquement la quantité I_R ainsi que l'erreur obtenue (Jx).

Les courbes de Wöhler de Polystyrène et de Polyamide 66 décrite dans la partie "Résultats" pour une fréquence de 10 Hz a été modélisée avec ce modèle cinétique et sont représentée dans les Figures 98 et 99.

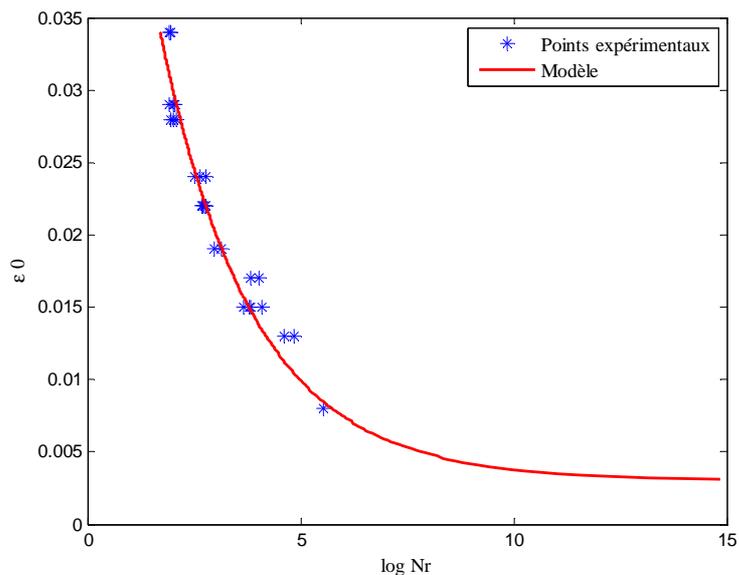


Figure 98 : Cas du Polystyrène

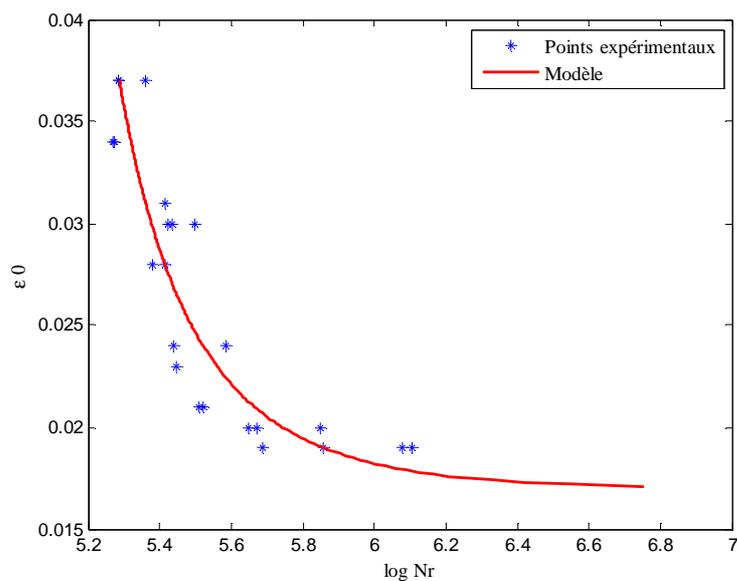


Figure 99 : Cas du Polyamide 66

Pour le Polystyrène et le polyamide 66 les résultats sont assez satisfaisants. Les paramètres du modèle cinétique ainsi que l'erreur obtenu (J_x) sont reportés dans le Tableau 13.

	PA 66	PS
ϵ_{∞}	0,017	0,003
m	0,197	4,981
$\frac{F_0}{A}$	2776,38	$2,535 \cdot 10^{-8}$
J x	0,13	1,05

Tableau 13 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 et PS à 10 Hz

La comparaison des polymères amorphes et semi-cristallins, ne permet pas d'établir une relation claire entre la microstructure et les paramètres $\frac{F_0}{A}$ et m. Un nombre plus grand de polymères est nécessaire pour tirer des conclusions sur cette relation. Dans le cas du polyamide 66, les valeurs des paramètres cinétiques sont différentes. La valeur de **m** est très faible par rapport aux autres polymères et le $\frac{F_0}{A}$ a une valeur très élevée. Comme le polyamide 66 est un matériau très ductile, la variation de déformation a très peu d'influence sur la durée de vie. La performance de la machine ne permet pas d'atteindre un nombre de cycles à la rupture très court avec une déformation appliquée plus forte que 0,034. C'est probablement la raison pour laquelle les paramètres cinétiques sont différents. En plus, les valeurs expérimentales divergent par rapport à la modélisation, ceci peut s'expliquer par le comportement ductile du matériau, ce qui peut être une autre raison de l'obtention de paramètres cinétiques différents.

Les courbes de Wöhler pour le composite à 2, 10 et 20 Hz ont été modélisées avec le même modèle. Dans le cas du composite les résultats sont assez satisfaisants (Figures 100 à 102).

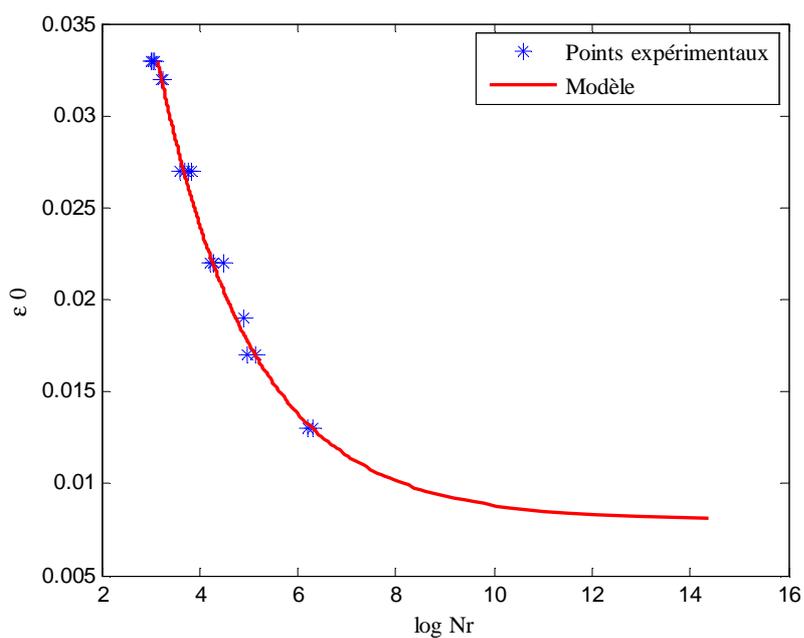


Figure 100 : Polyamide 66/FV- 2 Hz

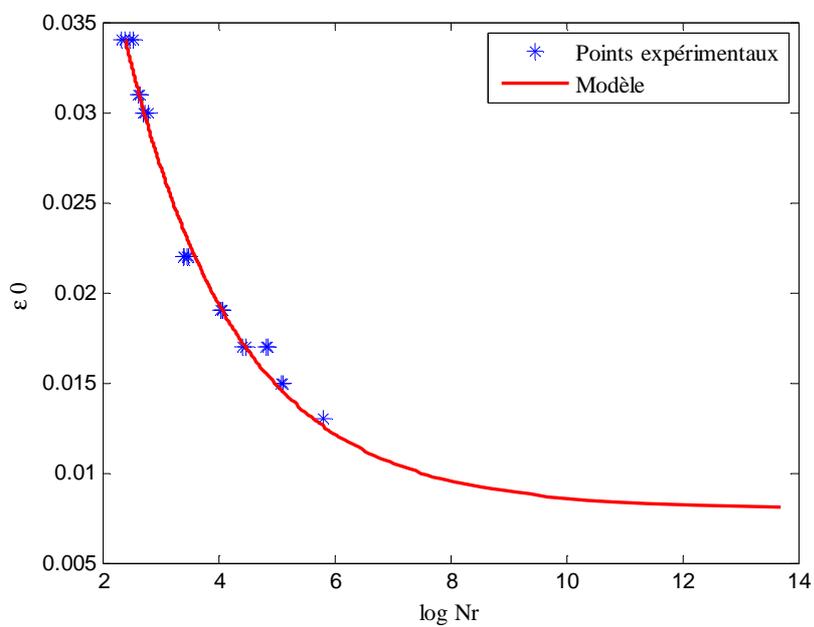


Figure 101 : Polyamide 66/FV- 10 Hz

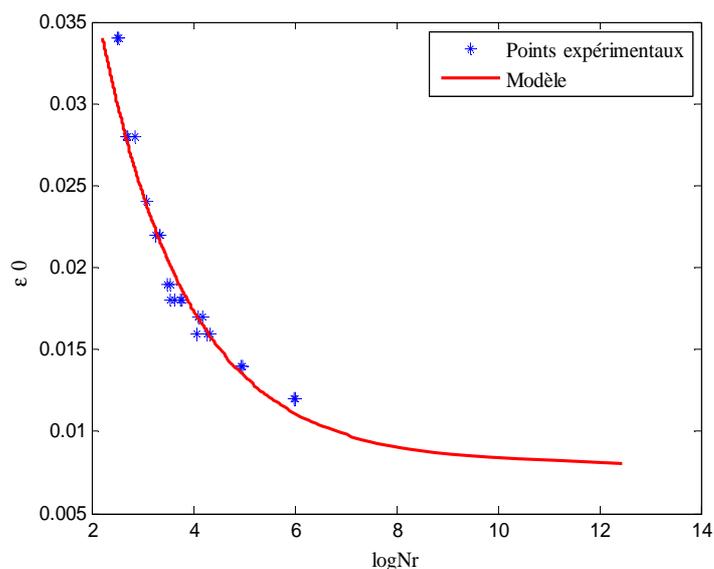


Figure 102 : Polyamide 66/FV- 20 Hz

Les paramètres cinétiques du modèle pour le composite sont rapportés dans le Tableau 14 :

	PA 66(FV) 2Hz	PA 66(FV) 10 Hz	PA 66(FV) 20 Hz
ϵ_{∞}	0,008	0,008	0,008
m	4,303	4,307	3,866
$\frac{F_0}{A}$	$1,3916 \cdot 10^{-5}$	$5,8823 \cdot 10^{-7}$	$1,0135 \cdot 10^{-6}$
J_x	0,09	0,27	0,68

Tableau 14 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 /FV à 2, 10 et 20 Hz

Dans le cas du composite quand la fréquence passe de 2Hz à 10 Hz et à 20 Hz, la limite d'endurance (ϵ_{∞}) est stable. Comme dans le cas de la matrice, l'erreur obtenue est très faible. À 10 et 20 Hz les valeurs du rapport $\frac{F_0}{A}$ sont très proches, par contre à 2 Hz, ce rapport est un peu plus élevé. La valeur de m pour le composite à trois fréquences varie très peu ($3,86 < m < 4,98$).

6.6. Optimisation des essais discontinus

Après avoir fait les essais discontinus, on a observé qu'un arrêt du test à proximité de la rupture augmente la durée de vie du matériau. Pour une plus grande précision, les essais continus et discontinus ont été effectués dans des conditions identiques pour le PA 66/FV à 10

Hz. Les courbes de Wöhler (déformation en fonction du nombre de cycles) pour les essais continus et discontinus ont été modélisées (Figures 103 à 104).

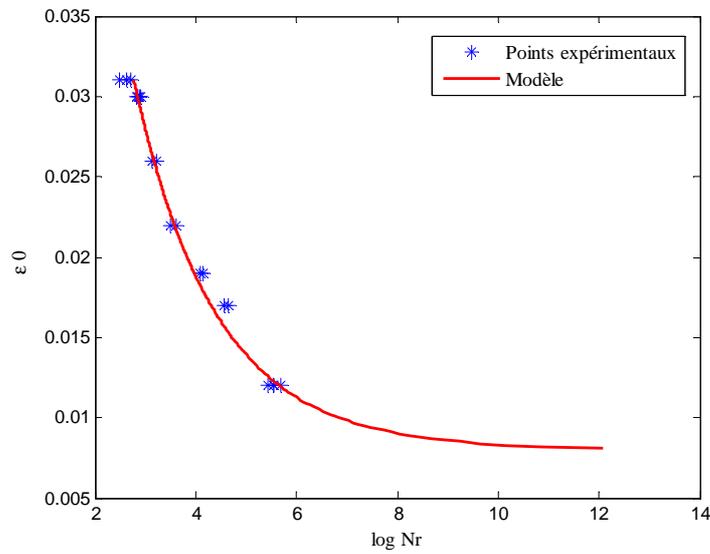


Figure 103 : Polyamide 66/FV- **10 Hz** : Essais continus

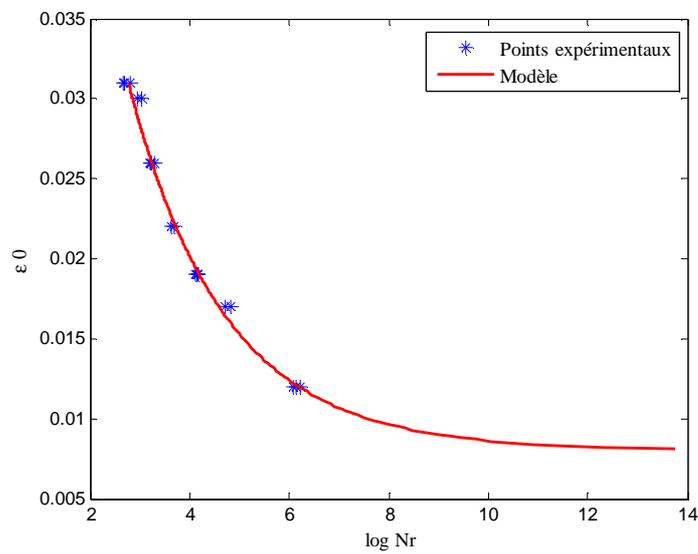


Figure 104 : Polyamide 66/FV- **10 Hz**, Essais discontinus

Les paramètres cinétiques du modèle pour le composite sont reportés dans le Tableau 15.

	PA 66(FV) Essai continu	PA 66(FV) Essai discontinu
ϵ_{∞}	0,008	0,008
m	3,559	4,273
$\frac{F_0}{A}$	1,4798 10^{-5}	9,1886 10^{-7}
J x	0,213	0,087

Tableau 15 Les paramètres de modélisation pour les cas de PA 66 /FV à 10 Hz pour des essais continus et discontinus.

Comme dans le cas précédent il n'y a pas de relation entre les paramètres cinétiques. La valeur de $\frac{F_0}{A}$ est plus faible pour les essais discontinus. Ce résultat peut être rapproché des fractions de volume libre calculées. Pour les essais discontinus $fg = 1\%$ et pour les essais continus, $fg = 1,4\%$.

6.7. Conclusions

La courbe de Wöhler de plusieurs polymères a été modélisée à l'aide d'un outil de Matlab®.

Nous avons constaté qu'il n'y a pas de relation claire entre les paramètres de modélisation $\frac{F_0}{A}$ et m et la microstructure. L'analyse d'un plus grand nombre de matériaux est nécessaire.

La courbe de Wöhler avec les résultats des essais discontinus a aussi été modélisée avec la limite d'endurance des essais continus et les résultats sont assez satisfaisants. On sait qu'un temps de repos à proximité de la rupture augmente la durée de vie et cette augmentation est plus importante pour les déformations plus faibles. La courbe de Wöhler pour les essais discontinus se rapproche du comportement de la matrice avec un facteur de déplacement de 1,4. Ceci nous permet de supposer que pour le même composite avec un autre taux de renfort inférieur de 30% (avec les mêmes déformations appliquées) le modèle doit être valable. On obtient une valeur de $\frac{F_0}{A}$ plus faible dans les essais discontinus. Ce résultat peut être rapproché des fractions de volume libre calculées.

Chapitre 7

7. Conclusions et Perspectives

Au cours de ce travail de recherche a été étudiée la tenue en fatigue d'un polyamide 66 renforcé par 30 % de fibres de verre. Nous avons d'abord réalisé une étude préliminaire sur différents polymères tels que le Polycarbonate, le Polystyrène et le Polypropylène.

Ce travail a été effectué pour pouvoir dégager certaines relations entre la structure et les paramètres du modèle cinétique mis en œuvre pour l'étude du comportement en fatigue du PA66 et de son composite.

Les résultats des de fatigue nous ont montrés, la limite d'endurance en déformation (ϵ_{∞}) augmente quand on passe d'un polymère amorphe à un polymère semi- cristallin. Le caractère diphasique des polymères thermoplastiques semi-cristallins peut expliquer leur meilleure tenue en fatigue. Un arrêt de propagation de fissures peut se produire à l'interface phase amorphe/ cristalline. De plus, une partie de l'énergie nécessaire à la propagation de fissures est absorbée par le cisaillement des cristallites. En outre, la phase amorphe du polypropylène est à l'état caoutchoutique pendant les essais de fatigue, ce qui est un élément favorable pour s'opposer à la propagation des fissures.

A la suite de cette étude préliminaire, les essais de fatigue en flexion alternée sur le polyamide 66 (matrice seule) ont été effectués. On observe d'abord une chute de la contrainte qui est liée à une augmentation de la température. La contrainte se stabilise après cette première chute pour une période relativement longue. Elle rechute vers la fin avant la rupture.

Dans le but d'observer l'influence de la direction de la sollicitation par rapport à l'orientation de la majorité des fibres ainsi que le rôle de l'interface, deux types de sollicitation ont été choisis : La sollicitation en Flexion Alternée et la sollicitation en Traction- Traction.

Les courbes de Wöhler à 10 Hz sont établies pour les deux types de sollicitation. À partir de ces résultats, on pourra distinguer trois comportements différents.

Un paramètre très important pour décrire le comportement en fatigue à l'aide des courbes de Wöhler est le niveau de chargement pour une fréquence donnée. À partir de la courbe de Wöhler à 10 Hz, on pourra distinguer trois comportements différents.

1. Quand le niveau de chargement est très élevé, la rupture est atteinte très rapidement. On observe une diminution linéaire de la contrainte en flexion alternée et une augmentation linéaire de déformation en Traction-Traction. La température induite par l'auto-échauffement augmente très vite mais comme la rupture est atteinte rapidement (cas des fréquences élevées), elle n'atteint qu'une valeur modérée. Les phases d'amorçage, de coalescence et de propagation de fissures sont très courtes et c'est la fatigue mécanique qui gouverne la rupture.
2. Lorsque le niveau de chargement correspond à une valeur moyenne sur la courbe de Wöhler, la contrainte décroît également de manière linéaire. Une augmentation rapide de l'auto-échauffement qui entraîne un changement d'état physique de la phase amorphe est observée dans cette zone. Cette augmentation de température induit une première chute de contrainte en flexion alternée et une augmentation de la déformation en Traction-Traction. Ces variations de température sont une conséquence directe du caractère viscoélastique du matériau composite, comme le montre le spectre viscoélastique enregistré à 10 Hz. En raison du passage de la transition vitreuse, le module de perte E'' augmente entre 28°C et 53°C puis redécroit de façon monotone jusqu'à 100°C. Les chutes brutales de contrainte induite sont la conséquence de ce passage de la transition vitreuse. En effet, la puissance dissipée sous forme de chaleur, à chaque cycle de sollicitation mécanique est proportionnelle au module de perte, au carré de la déformation appliquée (contrainte en traction-traction), et à la fréquence angulaire. La valeur maximale de température par auto-échauffement est atteinte dans cette zone de la courbe de Wöhler (cas des fréquences élevées) donc la fatigue thermique, a un rôle

important. Les zones d'amorçage, de coalescence et de propagation de fissures ont une durée d'autant plus grande que le chargement appliqué est plus faible.

3. Pour des niveaux de chargements plus faibles, deux comportements différents ont été observés. En Traction-Traction, pour le cas de contraintes plus modérées, on observe une grande différence au niveau de la durée de vie. Ce qui n'a pas autant d'importance en flexion alternée. Dans les deux cas, la température induite par auto-échauffement augmente très peu et reste presque stable jusqu'à la rupture finale. C'est donc un autre mécanisme qui induit la rupture.

La comparaison des courbes de Wöhler pour les deux types de sollicitation (aux deux fréquences de 10 et 20 Hz) montre également que les deux courbes se rejoignent en un point où le niveau de chargement est faible. La température à ce point de jonction augmente pour les deux essais avec une allure identique mais la courbe de traction-traction est légèrement au-dessus de la courbe de flexion alternée. Ce déplacement peut s'expliquer par la différence entre les valeurs de contrainte. La courbe de Wöhler en traction-traction arrive plus vite sur un plateau que la courbe de Wöhler en flexion alternée.

La courbe de Wöhler en flexion alternée de la matrice seule, présente un plateau à partir de 10^6 cycles, précisément à l'endroit où se joignent les courbes de Wöhler du composite en traction-traction et flexion alternée pour les deux fréquences.

Comme la plupart des fibres sont orientées dans la direction de l'injection, même direction que la sollicitation mécanique en traction-traction, la matrice est plus sollicitée que l'interface fibre/matrice.

L'observation des faciès de rupture en flexion alternée présente différents types d'endommagement ; les fibres déchaussées ; les microvides entre fibres et matrice et des stries dans la matrice.

Le faciès de rupture des échantillons sollicités en traction-traction présente des caractéristiques différentes de celles observées en flexion alternée. Quand on sollicite le composite en traction-traction, comme la direction de la plupart des fibres est identique à la direction de la sollicitation, les fibres sont plus sollicitées le long des parois latérales qu'à leur extrémité. La résistance mécanique de l'interface fibre/matrice est élevée et la rupture se produit dans la matrice à proximité des parois des fibres. Cette couche de matrice entourant les fibres devient plus épaisse quand la fatigue thermique a un rôle dominant car la matrice est

plus ductile, souvent même à l'état caoutchoutique. Après quantification de ce phénomène, on constate que pour les essais où la température due à l'auto-échauffement atteint sa valeur maximale, le rapport de D/d atteint également sa valeur maximale.

Des essais interrompus pendant une sollicitation en flexion alternée avec un grand nombre de cycles à la rupture (500 000 cycles) ont été effectués. Ces essais ne présentent pas de variation de propriétés mécaniques compte-tenu de l'écart type important à proximité de la rupture finale. Ce dernier témoigne de l'hétérogénéité des éprouvettes, hétérogénéité que nous avons également observée lors des essais de DMA, de DSC et de mesure de densité. Il semblerait que le module de perte E'' soit stable pendant la même période excepté pour le composite à proximité de la rupture en raison de la création d'un endommagement à l'échelle microscopique. Comme dans le cas de la température de fusion, la température de transition vitreuse ne subit pas de variation significative pendant la période d'amorçage des microdéfauts.

Ensuite, l'observation microscopique est effectuée en flexion alternée sur une même éprouvette dont on a poli la surface dans la zone la plus sollicitée. Pour ces essais, la rupture se produit à 60 000 cycles. Après observation, la sollicitation est à nouveau appliquée. Au microscope optique, aucun endommagement n'est observé avant 30 000 cycles. A partir de 30 000 cycles, des fibres déchaussées apparaissent près de la surface dans la zone la plus sollicitée. Juste avant la rupture, à 59615 cycles, quelques fissures/microvides sont observables. L'étude a alors été poursuivie au microscope électronique à balayage. Dans un premier temps la surface n'est pas polie. Après 1000 cycles de sollicitation, on observe sur les photos de la surface non polie une extrémité de fibre en surface qui commence à fissurer. Cet amorçage de fissures se produit à l'échelle du nanomètre donc ces défauts sont appelés nano fissures. Avant la rupture, on observe la propagation des fissures dans les zones où il y a des concentrations élevées de fibres, puis dans la matrice.

La relaxation de défauts créés juste avant la rupture avant la coalescence des microfissures et à proximité de la rupture est plus efficace que celle des défauts créés plus précocement. Un temps de repos de 20 minutes est un temps suffisant pour deux raisons ;

- i) après 20 minutes de repos, la contrainte induite à la reprise de l'essai, a la même valeur que la contrainte induite initiale ;
- ii) le temps nécessaire pour que la température induite par l'auto-échauffement atteigne la température ambiante est de 20 minutes. La température passe de 62 à 30 °C en 5 minutes mais ensuite elle décroît jusqu'à 23 °C en 15 minutes soit un total d'environ 20 minutes. Donc la

matrice avant l'interruption est à l'état caoutchoutique et la mobilité moléculaire est suffisante pour permettre la fermeture/effacement des microvides. Un temps de repos de 120 min conduit aux mêmes résultats.

Les essais de dilatométrie ont été réalisés pour des éprouvettes sollicitées en flexion alternée pour les essais continus et discontinus et une éprouvette non sollicitée. On constate qu'après les essais discontinus, la fraction de volume libre est moins élevée, en moyenne 1% alors que pour les essais continus elle est égale à 1,4%. Cette diminution pourrait être due à des changements de conformation des chaînes macromoléculaires ayant pour conséquences l'effacement des micro-défauts créés avant la pause. On peut supposer que c'est bien cela qui a permis d'allonger la durée de vie, mais une relation entre le volume libre et la différence de durée de vie entre les essais continus et discontinus n'a pas pu être établie.

La comparaison du comportement de la matrice et de son composite dans un essai de fatigue en flexion alternée avec la même déformation appliquée va nous conforter dans notre hypothèse sur la nature des micro- défauts. La contrainte induite est trois fois plus grande dans le cas du composite et évidemment sa durée de vie est beaucoup plus courte. Cette différence est due à la différence entre les valeurs du module d'élasticité et à la différence d'auto-échauffement. Les nano fissures créées aux extrémités de fibres sont les précurseurs des microfissures et induisent un amortissement plus important, et par conséquent un auto-échauffement plus élevé. Les défauts relaxés pendant l'interruption de l'essai sont de même nature que les microfissures qui coalescent dans les zones où la concentration de fibres est élevée.

La déformation maximale augmente dans les essais de traction et flexion statiques avec la température, la contrainte à la rupture et le module diminuent. Les faciès de rupture des essais effectués aux températures supérieures à la température ambiante montrent les fibres déchaussées entourées d'une couche de matrice. Ce phénomène existe pour tous les faciès de rupture et il est plus visible à 90 °C au dessus de la température de transition vitreuse, car la matrice est à l'état caoutchoutique. Nous avons constaté que la couche de matrice autour des fibres (D) a une valeur presque constante quand la température est inférieure à la température de transition vitreuse. Ensuite, quand la température augmente, l'épaisseur de la couche augmente mais sa valeur présente une dispersion assez élevée.

Pour le PA 66 et son composite, l'effet de la fréquence a été mesuré. Les résultats montrent qu'en augmentant la fréquence, la durée de vie diminue et la température de l'auto-

échauffement augmente. En flexion alternée à une déformation appliquée de 0,019 (au milieu de courbe de Wöhler) ; à 2 Hz on atteint un nombre de cycle à la rupture de 132695 avec une température maximale de 40°C. Alors qu'à 10 Hz est 29178 et la température augmente jusqu'à 62°C. Finalement à 20 Hz le nombre de cycles à la rupture est 6130 cycles (5 fois plus petit que 10 Hz) et la température augmente jusqu'à 90°C. Dans le cas du composite en flexion alternée, les courbes de Wöhler à 2 et 10 Hz sont superposables mais à 20 Hz on observe une allure différente. On observe un endommagement supplémentaire à l'interphase fibre/matrice. Lorsque la liaison matrice fibre est faible, elle peut être à l'origine d'une source supplémentaire de dissipation d'énergie. L'augmentation de la fréquence ne semble pas avoir d'influence sur la limite d'endurance en flexion alternée ce qui n'est pas le cas en Traction-Traction. A 2 Hz, on atteint la température maximale quand le niveau de chargement a sa valeur maximale ce qui n'est pas le cas pour les fréquences élevées. Une série d'essais en Traction-Traction avec les fréquences de 20 à 60 Hz et R= 0,3 indique le même phénomène.

La durée de vie de plusieurs polymères a été modélisée à l'aide d'un outil de Matlab®. Le modèle a été extrapolé pour toute la courbe de Wöhler (déformation/nombre de cycles) d'un polyamide 66 et son composite renforcé avec 30% fibres de verre et le polystyrène. Il n'y a pas de relation claire entre les paramètres de modélisation $\frac{F_0}{A}$ et m et la microstructure. L'analyse d'un plus grand nombre de matériaux est nécessaire.

La courbe de Wöhler avec les résultats des essais discontinus a aussi été modélisée avec la limite d'endurance des essais continus et les résultats sont assez satisfaisants. On sait qu'un temps de repos à proximité de la rupture augmente la durée de vie et cette augmentation est plus visible pour les déformations plus faibles. La courbe de Wöhler pour les essais discontinus approche au comportement de la matrice avec un facteur de déplacement de 1,4. Ceci nous permet de supposer que pour le même composite avec un taux de renforts inférieur à 30%, avec les mêmes déformations appliquées le modèle doit être valable. On obtient une valeur de $\frac{F_0}{A}$ plus faible dans les essais discontinus. Ce résultat peut être rapproché des fractions de volume fibre calculées. Pour les essais discontinus $f_g = 1\%$ et pour les essais continus, $f_g = 1,4\%$.

Les points suivants peuvent être envisagés comme poursuite d'étude :

Dans le cas de PA 66 nous avons une asymptote à partir de 10^6 cycles, ceci nous a permis de déterminer la limite d'endurance. Il serait intéressant de savoir si ce comportement est également observable dans le cas d'une sollicitation traction-traction. Pour cela une série d'essais à basse fréquence en traction- traction et flexion alternée serait nécessaire.

Dans le cas du composite, nous avons effectué les essais de fatigue en flexion alternée selon 3 fréquences (2, 10 et 20 Hz), or dans le cas des tests en traction-traction, nous n'avons pas fait les essais de fatigue à basse fréquence (2Hz), il serait donc intéressant de les compléter.

Les essais interrompus et discontinus ont été réalisés en flexion alternée à 10 Hz. Il peut être intéressant d'effectuer une démarche identique en traction-traction aux différentes fréquences et d'expliquer le micro mécanisme.

A la suite de ces essais, on pourra peut-être déterminer une relation entre la fréquence et le niveau de chargement qui sont les critères importants pour la durée de vie en fatigue. Ceci peut nous permettre d'approfondir le rôle de la fatigue thermique et de calculer l'énergie dissipée par cycle (loi thermodynamique).

Un futur travail peut permettre de trouver l'origine physique des paramètres **A** et **m** dans le modèle cinétique. Il serait également intéressant de savoir si ce modèle est transposable à d'autres polymères thermoplastiques chargés dans le cas d'une sollicitation en flexion alternée.

Un autre travail de modélisation pourrait être effectué sur la courbe de Wöhler en traction-traction à partir du modèle cinétique en flexion alternée.

Nous avons réalisé ce travail avec deux types de sollicitations (traction-traction et flexion alternée), il pourrait être intéressant de comparer les différents types de sollicitation (traction-compression, flexion trois points...).

Références bibliographiques

1. S. Suresh, Fatigue of materials, Cambridge University press, 1-8 (1991).
2. A. T. DiBenedetto and G. Salee, Fatigue crack propagation in graphite fiber reinforced nylon 66, *Polym. Eng. Sci.* **19**, 512-518 (1979).
3. B. Mouhmid, A. Imad, N. Benseddiq, S. Benmedakhène, A. Maazouz, A study of the mechanical behaviour of glass fibre reinforced polyamide 66, Experimental investigation, *Polymer Testing*, **25**, 544-552 (2006).
4. B. Mouhmid, A. Imad, N. Benseddiq and D. Lecompte, An experimental analysis of fracture mechanisms of short glass fiber reinforced polyamide 66 (SGFR-PA 66), *Comp. Sci. Technol.*, **69**, 2521-2526 (2009).
5. C. Bathias, A. Bunsell et E. Morel, Matériaux composites 2^{ème} édition, Dunod, Paris, 1-6, 7-16, 73-75 (2009).
6. T. Moriwaki , Mechanical property enhancement of glass fibre reinforced polyamide composite made by direct injection. *Composites Part A*, **27**, 379–384 (1996).
7. J. Karger-Kocsis and K. Friedrich , Fracture behaviour of injection-moulded short and long glass fibre-polyamide 6.6 composites. *Comp. Sci. Technol.* **32**, 293–325 (1988).
8. T. Vu-Khanh, J. Denault, P. Habib and A. Low, The effects of injection moulding on the mechanical behaviour of long-fibre reinforced PBT/PET blends. *Comp. Sci. Technol.* **40** , 423–435 (1991).
9. J.L. Thomason, The influence of fibre properties of the performance of glass-fibre-reinforced polyamide 66, *Comp. Sci. Technol.* **59**, 2315–2328(1999).
10. A. Bernasconi, P. Davoli, A. Basile, A. Filippi, Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. *International Journal of Fatigue*, **29**(2): 199-208 (2007).
11. A. Bernasconi, P. Davoli, D. Rossin, C. Armani, Effect of reprocessing of fatigue strength of fiber glass reinforced polyamide, *Composites Part A*, **38**, 710-718 (2007).
12. F. Mandell, D. D. Huang and F. J. McGarry, Fatigue of glass and carbon fiber reinforced engineering thermoplastics *Polym. Comp.*, **2**, 137-144 (1981).

-
13. N. Jia and V. A. Kagan, Effect of time and temperature on the tension-tension fatigue behaviour of short fiber reinforced polyamides, *Polym. Comp.* , **19**, 408-414 (1998).
 14. S. Tamboura, H. Sidhom, D. Baptiste, J. Fitoussi, Evaluation de la tenue en fatigue du composite SMC R42, *Matériaux & technique*, **89**, 3 -11(2001).
 15. V. Bellenger, A. Tcharkhtchi and Ph. Castaing, Thermal and mechanical fatigue of a PA66/glass fibers composite material, *International journal of Fatigue*, **28**, 1348-1352 (2006).
 16. D. Rittel, An investigation of the heat generated during cyclic loading of two glassy polymers. Part I/Experimental, *Mech. Mater.*, **32**, 131–147(2000).
 17. D. Rittel, N. Eliash and J.L. Halary, Hysteretic heating of modified poly (methyl methacrylate), *Polymer*, **44**, 2817–2822 (2003).
 18. A. Molinari and Y. Germain, Self heating and thermal failure of polymers sustaining a compressive cyclic loading, *Int. J. Solids Structures*, **33**, 3439–3462 (1996).
 19. R. Chandra, S.P. Singh and K. Gupta, Damping studies in fiber-reinforced composites – a review, *Comp. Struct.*, **46**, 41–51 (1999).
 20. Hanane Nechad, Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2004) Page 16.
 21. A. Casal and R.S. Porter, “Polymer stress reactions” vols.1 and 2, Academic press, New York, (1978).
 22. R. P. Kambour and R. E. Robertson, in “Polymer Science. A Material Science Hand book”(A.D. Jenkins, ed.); North Holland Publ. Amsterdam, Page 687 (1972).
 23. S. Rabinowitz and P. Beardmore, *CRC Crit. Rev. Macromol. Sci.* **1**, 1 (1972).
 24. R. W. Lang, J. A. Manson, R. W. Hertzberg and R. Schirrer, Craze development in poly (Methyl Methacrylate) during stable fatigue crack propagation, *Polym. Eng. Sci.*, **24**, 883-842 (1984).
 25. R. W. Hertzberg and J. A. Manson, *Fatigue of engineering plastics*, Academic press, New York, , 9- 42 (1980).

-
26. J.P. Trotignon et J. Verdu, Rupture en fatigue des matériaux polymères, introduction à la mécanique des polymères (1988).
27. J.M. Ferreira, J. T. B. Pires, J. D. Costa, O. A. Errajhi, M. Richardson, Fatigue damage and environment interaction of polyester aluminized glass fiber composites, *Composite Structures*, **78**, 397-401 (2007).
28. J.L. Thomasson, The influence of fiber properties of the performance of glass fiber reinforced polyamide 66, *Composites science and technology*, **59**, 2315-2328 (1999).
29. M. G. Wyzgoski and G. E. Novak, Fatigue fracture of long fiber reinforced nylon 66, *Polym. Comp.*, **16**, 38-51 (1995).
30. Simon. C. Bellemare, J. Ivan Dickson, Martin N. Bureau, J. Denault, Bulk fatigue damage evaluation in polyamide-6 and in a polyamide-6 nanocomposite, *Polym. Comp.*, 636- 646 (2005).
31. J. M. Haudin, Matériaux pour l'ingénieur, chapitre solidification, mise en forme des polymères, Ecole des Mines de Paris (2006), pages 125-136.
32. M. Akay and D. Barkley, Fiber orientation and mechanical behaviour in reinforced thermoplastic injection moulding, *J. Mater. Sci.*, **26**, 2731-2742 (1991).
33. T. Matsuoka, J. I. Takabatake, Y. Inoue and H. Takahashi, Prediction of fiber orientation in injection molded parts of short-fiber- reinforced- thermoplastics, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 957-966 (1990).
34. J. J. Horst and J. L. Spoomaker, Fatigue fracture mechanism and fractography of short glass fiber reinforced polyamide 6, *J. Mater. Sci.*, **32**, 3641- 3651 (1997).
35. J. Karger-Kocsis, Effects of processing induced microstructure on the fatigue crack propagation of unfilled and short fiber-reinforced PA-6, *Composites*, **21**, 243-254 (1990).
36. F. Ramsteiner and R. Theysohn, Tensile and impact strengths of unidirectional short fiber reinforced thermoplastics, *Composites*, **10**, 65-71 (1979).
37. K. Handa, A. Kato and I. Narisawa, Fatigue characteristic of a glass-fiber-reinforced polyamide, *J. Appl. Polym. Sci.*, **72**, 1783-1793 (1999).
38. R. W. Hertzberg and J. A. Manson, M. Skibo, Frequency sensitivity of fatigue processes in polymeric solids, *Polym. Eng. Sci.*, **15**, Page 252-260 (1975).

-
39. M. G. Wyzgoski, G. E. Novak, Influence of thickness and processing history on fatigue fracture of nylon 66 Part I: Crack propagation measurement, *Polym. Eng. Sci.*, **32**, 1105-1113 (1992).
40. M. G. Wyzgoski, G. E. Novak, D. L. Simon, Fatigue fracture of nylon polymers, Part 1, effect of frequency, *J. Mater. Sci.*, **25**, 4501-4510 (1990).
41. Y. Zhou, P.K. Mallick, Fatigue performance of an injection-Molded short glass fiber reinforced polyamide 6,6, effects of orientation, holes and weld line, *Polym. Comp.*, **27**, 230-237 (2006).
42. J. J. Horst and J. L. Spoormaker, Mechanism of fatigue in short glass fiber reinforced polyamide 6, *Polym. Eng. Sci.*, **36**, 2718-1726 (1996).
43. A. Pegorreti and T. Ricco, Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibers, *Comp. Sci. Tech*, **59**, 1055- 1062 (1999).
44. A. J. Dentsoras and E. P. Kouvaritakis, Effect of vibration frequency on fatigue crack propagation of a polymer at resonance, *Engineering fracture of mechanics*, **50**, 467-473 (1995).
45. C. Doudard, S. Calloch, F. Hild, P. Cugy, A. Galtier, Identification of the scatter in high cycle fatigue from temperature measurements, *C.R. Mecanique*, **332**, 795-801 (2004).
46. G. La Rosa, A. Risitano, Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components, *Int. J. Fatigue*, **22**, 65–73 (2000).
47. A. Galtier, O. Bouaziz, A. Lambert, Influence de la microstructure des aciers sur leurs propriétés mécaniques, *Méc. Ind.* **3**, 457–462 (2002).
48. Sylvain Calloch, Cedric Doudard, François Hild, Martin Poncelet, Bastien Weber, André Galtier, Dialogue essais-modèle pour l'interprétation des liens entre mesure d'auto-échauffement sous chargement cyclique et fatigue polycyclique, *Revue de Métallurgie*, **107**, 75-82 (2010).
49. M. Poncelet, Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'auto-échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles, Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, (2007) pages 1-12.
50. C. M. Sonsino, E. Moosbrugger, Fatigue design of highly loaded short-glass-fibre reinforced polyamide parts in engine compartments, *Int. J. Fatigue*, **30**, 1279-1288 (2008).

-
51. Mallina Venkata Timmaraju, R. Gnanamoorthy, Krishna Kannan, Influence of Organoclay on Flexural Fatigue Behavior of Polyamide 66/Hectorite Nanocomposites at Laboratory Condition, **31**, 1977-1986 (2010).
52. S. B. Ratner and V. I. Korobov, Self heating of plastics during cyclic deformation, *Mekh. Polim.*, **1**, 93-100 (1965).
53. T. Kajiyama, A. Takahara, *Journal of the Japan Rubber Industries Association* **59**, 34 (1986).
54. L. Yongshou, G. Zongzhan, L. Wei, Y. Zhufeng, Analytical and experimental investigation of fatigue crack propagation for polyethylene methacrylate, *Mater. Sci. Engin. A*, **486**, 363-368 (2008).
55. B. Mouhmid, Etude de l'endommagement et rupture d'un polyamide 66 chargé aux fibres de verre courtes, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille (2007) Page 30.
56. A.X. Schmidt and C.A. Marlies, "Principles of High-Polymer Theory and Practice". McGraw-Hill, New York, Page 578 (1948).
57. S. Barbouchi, V. Bellenger, A. Tcharkhtchi, Ph. Castaing, T. Jollivet, Effect of water on the fatigue behaviour of a pa66/glass fibers composite material, *J. Mater. Sci.*, **42**, 2181-2188 (2007).
58. N. A. St. John, J.R. Brown, Flexural and interlaminar shear properties of glass-reinforced phenolic composites, *Composites Part A*, **29A**, 939-946 (1998).
59. C. C. M. Ma, S.W. Yur, Environmental effects on the water absorption and mechanical properties of carbon fiber reinforced PPS and PEEK composite Part II, *Polym. Eng. Sci.*, **31**, 34-39 (1991).
60. R. Selzer, K. Friedrich, Mechanical properties and failure behaviour of carbon fiber reinforced polymer composites under the influence of moisture, *Composites Part A*, **28A**, 595-604 (1997).
61. J.S. Earl, R.A. Sheno, Hygrothermal ageing effects on FRP laminate and structural foam materials, *Composites Part A*, **35**, 1237-1247 (2004).
62. L.A.L. Franco, M.L.A. Graça, F. S. Silva, Fractography analysis and fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions, *Mater. Sci. Engine. A*, **488**, 505- 513 (2008).
63. M. T. Hahn, R. W. Hertzberg and J. A. Manson, The influences of temperature and absorbed water on the fatigue crack propagation in nylon-66, *Polymer*, **27**, 1885-1888 (1986).

-
64. J. Polak, Fatigue- cyclic behaviour, Institute of Physics of materials Academy of Sciences of the Czech Republic, *Advances in mechanical behaviour plasticity and damage*, **1** , 29-40 (2000).
65. C. Bathias, An engineering point of view about the Fatigue of composite materials, *Int. Jour. Fat.*, **28**, 1094-1099 (2006).
66. J. F. Mandell, D. D. Huang and F. J. McGarry, Crack propagation modes in injection molded fiber reinforced thermoplastics, *Short fiber reinforced composite materials*, 3-32 (1982).
67. F. Baltenneck, J.P. Trotignon, J.Verdu, Kinetics of fatigue of polystyrene, *Polym. Eng. Sci.*, **37**, 1740-1747 (1997).
68. F. Baltenneck, Amorçage de la fissuration en fatigue de polymères amorphes vitreux, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers Paris (1995) Page 5.
69. J. Perez, Physique et mécanique des polymères amorphes technique et documentation, Lavoisier (1992).
70. T.J. Chen, C. P. Bosnyak, R. D. Corneliussen, Failure of plastics, New York, Hanser Publisher (1986).
71. L. Boniface, P. A. Smith, S. L. Ogin, M. G. Bader, Observations on transverse ply crack growth in a (0/90₂) CFRP laminate under monotonic and cyclic loading, *Proc. 2nd Eur. Conf. Composite Materials*, **3**. ICCM and ECCM, London UK, 156-165 (1987).
72. S. Tamboura, H. P. Lieurade, H. Sidhom, Matériau composite à fibre de carbone et matrice époxy (T300-5208) : Etude du mécanisme d'endommagement cyclique, *Matériaux et Techniques*, **84**, 15-20 (1996).
73. K.L. Reinfnsnider, Some fundamental aspects of the fatigue and fracture response of composite materials, *Proc. 14th annual meeting of Society of Engineering Science*. USA, 373-384 (1977).
74. K. W. Garrett, J. E. Bailey, Multiple transverse fracture in 90° cross-ply laminates of a glass fibre reinforced polyester, *J. Mater. Sci.*, **12**, 157-168 (1977).
75. M. C. Lafarie- Frenot, J. M. RIVIERE, Mécanismes d'endommagement par fatigue d'un composite stratifié à fibres longues : étude de la fissuration transverse, *AMAC, JNC 6 Paris*, 635-647 (1988).
76. M.F.E. Ibrahim and K.J. Miller, Determination of crack initiation life, *Fat. Fract. Eng. Mater. Struct.* , **2**, 351-360, (1980).

-
77. C. G'Sell, J. M. Hiver and A. Dahoun, Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking, *International journal of solids and structures*, **39**, 3857-3872 (2002).
78. A. Galeski, Strength and toughness of crystalline polymer systems, *Progress in polymer science*, **28**, 1643-1699 (2003).
79. X. C. Zhang, M. F. Butler and R. E. Cameron, The ductile- brittle transition of irradiated isotactic polypropylene studied using simultaneous small angle X-ray scattering and tensile deformation, *Polymer*, **41**, 3797-3807 (2000).
80. S. Castagnet, S. Girault, J.L. Gacougnolle, P. Dang, Cavitation in strained polyvinylidene fluoride, mechanical and X-ray experimental studies, *Polymer*, **41**, 7523-7530 (2000).
81. M. Lafarge, Modélisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2004) pages 47-48.
82. A. Pawlak, E. Piorkowska, Effect of negative pressure on melting behaviour of spherulites in thin films of several crystalline polymers, *J. App. Polym.*, **74**, 1380-1385 (1999).
83. A. Pawlak, A. Galeski, Plastic deformation of crystalline polymer: The role of cavitation and crystal plasticity, *J. Macromol.*, **38**, 9688-9697 (2005).
84. A. Peterlin, Radical formation and fracture of highly drawn crystalline polymer, *J. Macromol. Sci. -Phys.*, **6**, 490-508 (1971).
85. B. Jasse and L. Monnerie, Influence of conformational structure on the vibrational spectra of the different isomers of 2,4,6,8- Tetraphenylnonane, A polystyrene model molecule, *J. Molecul. Struct.*, **39**, 165-173 (1977).
86. M. D. Skibo, R. W. Hertzberg, J. A. Manson, S. L. Kim, On the generality of discontinuous fatigue crack growth in glassy polymers *J. Mater. Sci.* , **12**, 531-542 (1977).
87. M. T. Takemori, R. P. Kambour, D. S. Matsumoto, On a Search for Epsilon Crack Tip Zones in the Fatigue of Amorphous Polymers. *Polym. Communications* , **24**, 297-299 (1983).
88. R. Hamam, Simulation de la propagation des fissures par fatigue dans les toiles des roues de train sous chargement à amplitude variable, Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan (2006), Page 36.

-
89. Lin Ye, On fatigue damage accumulation and material degradation in composite materials, *Comp. Sci. and Tech.*, **36**, 339-350 (1989).
90. H.Q. Chang, F. Sidoroff, A model for fatigue damage application to unidirectional composite, 6^{ème} Journée Nationale sur les Composites, 685-694 (1980).
91. R. Schirrer, Introduction à la Mécanique des Polymères, *Mécamat-GFP*, INPL, C. G'Sell and J.M. Haudin Eds, Nancy, **92**, 395-411 (1995).
92. J. Rault, Les polymères Solides Amorphes, élastomères, semi cristallins, propriétés microscopiques et macroscopiques CEPADUES-EDITIONS (2002).
93. M. Akay, D.F. O'Regan, Fracture toughness and impact behaviour of glass fiber reinforced polyamide 66 injection mouldings, *Comp. Sci. Technol.*, **55**, 109-118 (1995).
94. J.P. Tancrez, José Pabiot, François Rietsch, Damage and fracture mechanisms in thermoplastics matrix composites in relation to processing and structural parameter, *Comp. Sci. Technol.*, **56**, 735-731 (1996).
95. S. M. Zebarjad, A. Lazzeri, R. Bagheri, S. M. Seyed Reihani, M. Frounchi, Fracture mechanism under dynamic loading of elastomer modified polypropylene, *Materials Letter*, **57**, 2733-2741 (2003).
96. N. Sato, T. Kurauchi, S. Sato, O. Kamigaito, Mechanism of fracture of short glass fiber-reinforced polyamide thermoplastic, *J. Mater. Sci.*, **19**, 1145-1152 (1984).
97. N. Sato and T. Kurauchi, Process monitoring of partially reinforced metal-matrix composite components by acoustic emission, *J. Mater. Sci.*, **27**, 4698-4704 (1992).
98. R. W. Lang, R. W. Hertzberg and J.A. Manson, Mechanisms of fatigue in short glass fiber reinforced polymers, *J. Mater. Sci.*, 4015-4030 (1987).
99. J. J. Horst, fatigue fracture mechanism of fibre reinforced injection moulded polyamide, Paper for the localised damage 96 conference in fukuako, Japan, (1996).
100. R.E. Robertson, Theory for the plasticity of glassy polymers. *J. Chem. Phys.* **44**, 3950-3956 (1966).
101. S. N. Zhurkov, V.E. Korsukov, Atomic Mechanism of fracture of solid polymers. *J. Polym. Sci. Polymer Physics Edition*, **12**, 385-398 (1974).

-
102. J. Karger-Kocsis, R. Walter and K. Friedrich, Annealing effects on the fatigue crack propagation of injection moulded PEEK and its short-fiber composites, *J. Polym. Eng.*, **8**, 221-255(1989).
103. J. Runt, M. Jacq, Effect of crystalline morphology on fatigue crack propagation in polyethylene, *J. Mater. Sci.*, **24**, 1421-1428 (1989).
104. M. T. Hahn, R. W. Hertzberg, J. A. Manson, Effects of rubbery phase and absorbed water on impact-modified nylon 66, Part 2 Fractography, *J. Mater. Sci.*, **21**, 39-45, (1986).
105. M.A. Miner, Cumulative damage in fatigue, *J. App. Mech.* , **67**, A 159-A 164, (1945).
106. S. Tamboura, H. Sidhom, D. Baptiste, J. Fitoussi, Evaluation de la tenue en fatigue du composite SMC R42, *Matériaux & technique* –, **89**, 3-11 (2001).
107. W. H. Bowyer, M. G. Bader, On the re-inforcement of thermoplastics by imperfectly aligned discontinuous fibres. *J. Mater. Sci.*, **7**, 1315–1321(1972).
108. J. L. Thomason Micromechanical parameters from macromechanical measurements on glass reinforced polyamide 6, 6. *Comp. Sci. Technol.*, **61**, 2007–2016 (2001).
109. E.J. Kramer, Microscopic and molecular fundamentals of crazing, *Advances in Polymer Science*, (1983).
110. G. Caprino, A. D'Amore, Flexural Fatigue behavior of random continuous fiber-reinforced-thermoplastic. *Comp. Sci. Technol.* **58**, 957-965 (1998).
111. A. T. Dibenedetto and G. Salee, Fatigue crack propagation in graphite fibre reinforced nylon 66. *Polym. Eng. Sci.*, **19**, 512- 518 (1979).
112. J. A. Epaarachchi, P. D. Clausen, An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* , **34**, 313-326, (2003).
113. J.B. Kommers, The effect of overstress in fatigue on the endurance life of steel, *Proceeding, Ame. Soc. Test. Mater.* **45**, 532-541 (1945).
114. A. Mian, X. Han, S. Islam, G. Newaz, Fatigue damage detection in graphite/epoxy composites using sonic infrared imaging technique, *Comp. Sci. and Technol.* **64**, 657-666 (2004).

-
115. C. Scarponi, G. Briotti, Ultrasonic technique for the evaluation of delaminations on CFRP, KFRP composite materials, *Composites Part B : Engineering*, **31**, 237-243 (2000).
116. M. Surgeon, M. Wevers, Modal analysis of acoustic emission signals from CFRP laminates, *NDT & E International*, **32**, 311-322, (1999).
117. P. J. Schilling, B. P. R. Karedla, A. K. Tatiparthi, M. A. Verges, P. D. Herrington, X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites , *Comp. Sci. Technol.*, **65**, 2071-2078, (2005).
118. J. Fitoussi, G. Guo, D. Baptiste, Determination of a tridimensional failure criterion at the fibre/matrix interface of an organic-matrix/discontinuous-reinforcement composite, *Comp. Sci. Technol.*, **56**, 755-760 (1996).
119. J.E. Mark, Physical properties of polymers Handbook, ACJ (1996).
120. D. W. Van Krevelen, Properties of polymers, Elsevier fourth completely revised ed. by K. Te Nijenhuis, (2009).
121. A.K. Doolittle, Studies in Newtonian Flow, *J. Appl. Phys.* **22**, 1031 (1951).
122. M.L. Williams, R. F. Landel, J.D. Ferry, The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids, *J. Am. Chem. Soc.* , **77**, 3701-3707 (1955).
123. J.G Williams, Stress analysis of polymers, 2nd Ed. Ellis Horwood Ltd. Publishers, (1980).
124. J.P. Trotignon, A new universal fatigue machine for plastics and composites, *Polym. Test.*, **14**, 129-147 (1995).
125. J.A. Sauer and G.C. Richardson, Fatigue of Polymers, *International journal of fracture*, **16**, 6, 499-532 (1980).
126. J. Yang, Z. Zhang, H. Zhang, The essential work of polyamide 66 filled with TiO₂ nanoparticles. *Comp. Sci. Technol.*, **65**, 2374-2379, (2005).
127. H.A. Hristov, A.F. Yee, D.W. Gidley, Fatigue craze initiation in polycarbonate: study by transmission electron microscopy. *Polymer*, **35**, 3604-3611 (1994).

128. Escaig B. A metallurgical approach to the preyield and yield behavior of glassy polymers, *Polym. Eng. Sci.*, **24** (10), 737-749 (1984).
129. S. B. Ratner, Heating and failure of plastics in repeated loading, *Soviet Plastics*, **4**, 86-91 (1973).
130. V. Zilvar, Effect of mechanical damping on the fatigue of some polymers, *Plastics and Polymers*, **39**, 328-332 (1971).
131. D. O. Stalnaker, W. W. Stinchcomb, In composite materials: testing and designs, 5th conf., ASTM STP 674, ASTM, 620-641 (1979).
132. F. Baltenneck, J-P Trotignon and J. Verdu, Kinetics of fatigue failure of polystyrene, *Polym. Eng. and Sci.*, **37**, (1997).

Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre

RESUME : Pendant ce travail, nous avons étudié le comportement en fatigue d'un polyamide 66 chargé de fibres de verre. Ce matériau a de nombreuses applications où il subit des sollicitations dynamiques, comme les pièces sous capot d'un véhicule. La compréhension des micro-mécanismes qui gouvernent le comportement de ce matériau en fatigue joue un rôle essentiel dans la conception de ces pièces. Dans le but d'observer l'influence de la direction de sollicitation par rapport à l'orientation des fibres ainsi que le rôle de l'interface, deux types de sollicitation ont été choisis : La sollicitation en Flexion Alternée et la sollicitation en Traction-Traction. Pour ces deux types de sollicitation, la température de surface augmente pendant les tests. Les résultats montrent que cette augmentation dépend du niveau de chargement et de la fréquence. Les courbes de Wöhler se rejoignent et la température induite par l'auto-échauffement à ce point de jonction augmente pour les deux essais avec une allure identique. Pendant la période d'amorçage des fissures en flexion alternée, nous n'avons pas observé de changement macroscopique des propriétés de l'éprouvette, densité, taux de cristallinité, température de transitions vitreuse et module d'élasticité. Un temps de repos à proximité de la rupture permet de relaxer les micro-défauts et d'augmenter le nombre de cycles à la rupture. La durée de vie a été modélisée pour le polyamide 66 et son composite.

Mots clés : Fatigue, Polyamide 66 renforcés de fibres de verre composite, Micro-mécanismes endommagement, Auto-échauffement, Fréquence.

Kinetic approach of the fatigue behaviour of glass fibres reinforced Polyamide 66 composites

ABSTRACT: In this work, the fatigue behavior of short glass fibers reinforced polyamide 66 has been investigated. This material has many applications where it undergoes dynamic loads, such as parts of under the hood of a vehicle. The comprehension of micro-mechanisms which govern the fatigue behavior of this material have a key role to design these parts. In order to observe the influence of load direction respect to fiber orientation two kinds of applied load were selected; Tension-Tension Fatigue tests and Alternative Flexural Fatigue were carried out. For both tests, the surface temperature increases with an increasing applied load. The results show that an increasing self heating temperature depends on frequency and applied load level. Self heating temperature has an important effect in the failure point where the Wohler curves join each other. During the damage initiation period, no change of macroscopic properties, density, cristallinity ratio, glass transition temperature, flexural elastic modulus is observed. One break just before the final fracture allows the relaxation of microdefects and increases the number of cycles at fracture. The life time has been modeled for Polyamide 66 and its composite.

Keywords : Fatigue, Short glass fibers reinforced Polyamide 66 composite, Damage Micro-mechanisms, Self heating temperature, Frequency.

