



HAL
open science

Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/epoxy et prédiction de durée de vie: contrôle et qualification de réservoirs bobinés

Sébastien Blassiau

► **To cite this version:**

Sébastien Blassiau. Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/epoxy et prédiction de durée de vie: contrôle et qualification de réservoirs bobinés. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005. Français. NNT : . tel-00159405

HAL Id: tel-00159405

<https://pastel.hal.science/tel-00159405>

Submitted on 3 Jul 2007

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

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

ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral



N° attribué par la bibliothèque

|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|_|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Sébastien BLASSIAU

le 30 Mars 2005

**MODELISATION DES PHENOMENES MICROSTRUCTURAUX
AU SEIN D'UN COMPOSITE UNIDIRECTIONNEL
CARBONE/EPOXY ET PREDICTION DE DUREE DE VIE :
CONTROLE ET QUALIFICATION DE RESERVOIRS BOBINES**

Directeurs de thèse : Anthony R. BUNSELL et Alain THIONNET

Jury

Mr. Claude BATHIAS
Mr. Malk BENZEGGAH
Mr. Jean François CARON
Mr Anthony R. BUNSELL
Mr. Alain THIONNET
Mr. Philippe LIEGEOIS

C.N.A.M.
U.T.C.
E.N.P.C.
E.N.S.M.P.
Université de Bourgogne / E.N.S.M.P.
Gaz de France

**Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris,
B.P. 87, 91003 Evry Cedex**

REMERCIEMENTS

Pour débiter ces remerciements, je tiens tout d'abord à remercier M. Jean Pierre TROTTIER pour m'avoir accueilli au sein du Centre Des Matériaux Pierre-Marie Fourt de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Ce travail n'aurait pu voir le jour sans la ténacité d'Anthony R. BUNSELL et la clairvoyance de Thomas MULLER de Gaz de France pour reconnaître le potentiel de la technique de l'émission acoustique. Je les remercie tous les deux pour m'avoir fait confiance dès le début et m'avoir offert cette opportunité de participer à une expérience aussi enrichissante dans de nombreux domaines scientifiques mais aussi dans la vie quotidienne. Je remercie encore Anthony Bunsell pour nos discussions sur l'intérêt de garder à l'esprit l'aspect physique des phénomènes et l'intérêt des travaux de recherche pour l'industrie.

Je remercie Alain THIONNET pour sa gentillesse, sa disponibilité, son dévouement, sa patience, sa pédagogie et sa rigueur qui ont fait de cette thèse ce qu'elle est aujourd'hui. Je le remercie pour l'ensemble de nos discussions et de ces nombreuses très bonnes questions qui ont pu faire avancer les choses. Au risque de me répéter, il a été un élément déterminant dans la réussite de cette thèse et je pense sans m'avancer que nos relations ne prendront pas fin à l'issue de ce travail.

Je voudrais aussi remercier Claude BATHIAS pour avoir accepté de présider mon jury de thèse, ainsi que Malk BENZEGGAH et Jean François CARON pour avoir rapporté avec minutie et objectivité mon manuscrit.

Je remercie également Laurence VALIN, Philippe LIEGEOIS et Gilles WEISSELBERG en tant que correspondants industriels dont les conversations m'ont beaucoup appris sur le monde de l'entreprise. A travers eux, je remercie l'ensemble des personnels de Gaz de France avec qui j'ai eu la chance de travailler.

Je tiens à remercier, bien entendu, toutes les personnes du centre des Matériaux pour leur gentillesse et leur compétence tout au long de ces trois années de thèse et les quelques mois supplémentaires et surtout pour l'ambiance de travail agréable qu'elles y font régner.

Je remercie également Anne PIANT d'avoir examiné mon travail et conseillé sur la rédaction.

Une thèse impose de nombreux sacrifices à soi mais aussi à son entourage, c'est pourquoi je remercie Sylvie pour sa patience, son soutien de tous les jours et sa confiance sans faille. Je dois aussi remercier mes parents pour leur appui tout au long de mes études et d'avoir respecté la voie que j'ai choisie.

Je veux remercier plus particulièrement un collègue, Ludovic devenu un ami dont la bonne humeur a rendu les jours difficiles plus faciles, nos pauses café habituelles et nos escapades sportives même rares ont été des moments privilégiés de ces trois années. Je remercie aussi Bénédicte, du bureau d'en face pour ses escapades et ses sauts d'humeur qui ont rythmé mes journées. Avec eux, je remercie tous les autres thésards : Benjamin, Sylvain, Sophie, Melissa, Julien, Christophe, Céline, Yahn D., Yahn M., José, ... Je vous remercie toutes et tous.

Je n'oublie pas Yves FAVRY et Jean-Christophe TEISSEDRE qui par leur savoir-faire technique m'ont permis d'appréhender sous le meilleur angle la partie expérimentale de cette thèse mais aussi de passer de bon moment en leur compagnie. Par ailleurs, je n'oublierai pas, grâce à Jean-Christophe, qu'à toute difficulté technique il existe toujours une solution même la plus inattendue. Je remercie aussi Alain Naslot, Joseph Vally et tous les membres de l'atelier.

Je remercie également tout le personnel administratif et sans oublier Odile ADAM pour son aide précieuse pour la réalisation, dans les normes, de la bibliographie de cette thèse. Je remercie pour finir Liliane LOCICERO pour son aide dans toutes les démarches administratives et sa gentillesse.

Sommaire

SOMMAIRE

INTRODUCTION

PARTIE 1 – PROBLEMATIQUE INDUSTRIELLE ET DEMARCHE

CHAPITRE 1 – La problématique industrielle_____	9
CHAPITRE 2 – Généralités, vocabulaire et notations sur les matériaux composite à fibres longues et leurs endommagements_____	11
CHAPITRE 3 – Conception des réservoirs composites G.N.V., mode d'endommagement et proposition d'un protocole de qualification_____	15
CHAPITRE 4 – L'émission Acoustique_____	19
CHAPITRE 5 – Conclusion et démarche adoptée_____	31

PARTIE 2 – ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE 6 – Matériaux et procédures expérimentales_____	35
CHAPITRE 7 – Résultats expérimentaux_____	49

PARTIE 3 – MODELISATION

CHAPITRE 8 – Analyse des micromécanismes de transfert de charge au sein d'un composite à fibres longues_____	77
CHAPITRE 9 – Modélisation de la rupture macroscopique d'un composite unidirectionnel à 0° par un procédé multiéchelle_____	117

PARTIE 4 – INDUSTRIALISATION

CHAPITRE 10 – Proposition d'une méthode de contrôle et de qualification des réservoirs bobinés carbone/époxy_____	151
CHAPITRE 11 – Mise en pratique de la méthode de qualification de réservoirs en service sur bus_____	157

CONCLUSION_

ANNEXES

TABLES DES MATIERES

Introduction

Les matériaux composites sont nés de l'association de matériaux aux caractéristiques complémentaires, pour conférer à cet assemblage des propriétés originales. Cependant, les matériaux composites et en particulier les composites à fibres longues ne sont utilisés de manière systématique que lorsque les matériaux traditionnels ne peuvent plus répondre aux exigences d'utilisation ou lorsque leur surcoût de fabrication est compensé par le gain de poids dû à leur faible densité. L'essor de ces matériaux est à l'origine lié au développement de l'industrie de l'aéronautique et de l'aérospatiale militaire, puis plus récemment dans le domaine du transport civil, dans le cadre d'une politique d'économie d'énergie et de protection de l'environnement. En effet, ces applications nécessitent des matériaux qui soient, à la fois légers, résistants et rigides afin d'alléger le plus possible les véhicules. Ainsi, le choix des composites unidirectionnels carbone/époxy a été adopté pour entrer dans la conception des réservoirs de stockage de gaz sous haute pression, carburant plus propre que ceux provenant des produits de raffinerie en terme d'émissions de gaz polluants.

Toutefois, l'utilisation des matériaux composites étant récente et malgré l'effort de recherche entrepris, leur tenue à long terme soulève de nombreuses questions tant fondamentales que technologiques. En effet, à cause des hétérogénéités et de leur anisotropie, la nature des endommagements ainsi que les mécanismes à l'origine de leur apparition et de leur progression sont très différents des mécanismes rencontrés dans les matériaux plus conventionnels. Ainsi, suivant l'échelle considérée, les endommagements tels que la rupture du renfort, la fissuration matricielle ou encore le délaminage peuvent être à l'origine de la ruine prématurée d'une structure.

Faute de pouvoir contrôler ou anticiper ces mécanismes de dégradation, la démarche commune est de suivre ces structures tout au long de leur utilisation. Pour ce faire, les moyens d'expertise retenus se doivent à la fois de relever le défi de la détection de l'endommagement, d'en quantifier la nocivité et d'être non destructifs. La technique de l'émission acoustique s'est avérée très tôt comme un moyen prometteur de détection des endommagements au sein des matériaux composites.

Toutefois, les empilements plus ou moins complexes des stratifiés pour satisfaire aux champs d'application des structures en composite, ont rendu l'interprétation des résultats d'émission acoustique des plus complexes : les mécanismes d'endommagement détectés sont-ils tous néfastes, peut-on les séparer, quel est le niveau de restitution de l'endommagement réel...? La complexité de l'ensemble des questions à se poser, en dépit des avancées théoriques et techniques a ralenti l'engouement initial et a déprécié quelque peu ce moyen potentiel de contrôle des structures en composite. Cependant, les structures réalisées par enroulement filamentaire ont une configuration très proche des composites unidirectionnels sollicités dans la direction de la fibre. Ce type de configuration a l'avantage de réduire les sources d'endommagement à un quasi unique mécanisme : la rupture de la fibre. Ainsi, l'émission acoustique reste une méthode à approfondir. Les premières études expérimentales, datant d'une vingtaine d'années, ont permis d'amener un certain savoir, plutôt empirique, sur le vieillissement, par accumulation de ruptures de fibres au cours du temps, de ces structures unidirectionnelles. Mais, l'absence d'une justification précise des mécanismes à l'origine de l'activité acoustique obtenue n'a pas permis un réel développement de cette technique comme moyen de contrôle et de qualification de structures composites.

A la lumière des techniques d'homogénéisation et des calculs multiéchelles sur composite rendus possibles par l'accroissement de la puissance des calculateurs, et à l'aide de tout ce savoir passé, nous proposons de montrer toute la pertinence d'une technique expérimentale basée sur l'émission acoustique pour réaliser l'expertise en cours d'utilisation d'une structure en composite unidirectionnel.

Plus précisément, après avoir établi l'émission acoustique comme moyen expérimental d'expertise et de qualification de réservoirs à gaz haute pression en composite utilisés sur les bus, nous allons valider cette méthode. Pour ce faire, nous allons modéliser les mécanismes à l'origine de l'accumulation de ruptures de

fibres à l'échelle des constituants (échelle qui distingue la fibre de la matrice) pour reconstruire la courbe d'émission acoustique des événements (ruptures de fibres) à l'aide d'un calcul multiéchelle effectué sur la structure industrielle. Ensuite, nous proposerons une méthode de contrôle et de qualification. L'objectif industriel visé au final est l'industrialisation de ce protocole permettant de quantifier l'endommagement accumulé au cours de son utilisation et dès lors de prédire la période acceptable de service du réservoir avant l'arrêt de son utilisation.

Ce mémoire se divise en quatre parties :

- une première partie est consacrée à l'analyse de la problématique.

Tout d'abord, il s'agit de replacer cette étude dans le cadre d'un vaste projet né dans le département G.N.V. (Gaz Naturel pour Véhicules) de la direction de la recherche de Gaz de France dont la mission est de développer un moyen de contrôle non destructif, de qualification de réservoirs composites qui soit à la fois fiable et économique et qui nécessite un temps d'immobilisation acceptable pour l'exploitant. Son développement suppose la maîtrise des phénomènes physiques responsables de l'endommagement du matériau.

Ensuite, il est utile de présenter un ensemble de généralités sur les composites et leurs endommagements ainsi que sur la technique de détection des endommagements à l'aide de l'émission acoustique. Nous justifierons alors que, la technique de l'enroulement filamentaire confère au réservoir composite une stratification proche d'un composite unidirectionnel et donc que l'hypothèse de considérer le mécanisme de ruptures de fibres comme le mécanisme prépondérant d'endommagement des réservoirs est acceptable. Pour cette raison, la technique de l'émission acoustique a été choisie pour répondre à la problématique de Gaz de France.

Enfin, nous présenterons les travaux réalisés au C.D.M. (Centre Des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris) qui sont à l'origine de la compétence acquise au sein de l'équipe C.A.M. (Composites, Adhésion et Mécaniques) dont cette étude est la prolongation et l'aboutissement.

- une seconde partie porte sur l'analyse expérimentale du composite.

Elle débute par la présentation du matériau utilisé pour être celui du réservoir : un composite à matrice époxy renforcée à 60% de fibres de carbone haute résistance. Nous verrons que son comportement macroscopique dépend étroitement des propriétés de ses constituants et de leur assemblage : la fibre de carbone au comportement élastique présente une dispersion de contrainte à rupture et la matrice époxy est viscoélastique. Ces propriétés sont à l'origine des courbes d'accumulation d'événements enregistrés par émission acoustique que ce soit pour des éprouvettes de composite unidirectionnel ou pour les réservoirs composites, et ceci, que la sollicitation soit de traction ou de fluage.

Enfin, rappelons que toute cette analyse expérimentale est utilisée aussi bien pour servir à l'identification et à la compréhension des phénomènes physiques microstructuraux, que comme élément de comparaison avec les simulations que nous ferons.

- une troisième partie s'intéresse à la modélisation des mécanismes d'endommagement du composite à l'origine de l'accumulation des ruptures de fibres sous chargement quasi-statique jusqu'à rupture ou sous chargement de type fluage.

Tout d'abord, une analyse tridimensionnelle fine des mécanismes de report de charge dans les composites autour des fibres rompues a été faite à l'aide de la méthode des éléments finis. Ce travail se veut original, dans la mesure où contrairement aux travaux de la littérature, l'étude

considère différentes configurations d'endommagement du composite. Par ailleurs, cette modélisation considère trois types de comportement matriciel (élastique, viscoélastique et plastique) avec ou sans décohésion à l'interface fibres rompues/matrice. En raison de tous ces différents points, les limites habituelles des approches par éléments finis sont repoussées en terme de prise en compte du nombre et de l'interaction des fibres rompues, tout en conservant la précision d'évaluation des différents champs (contraintes notamment). Notre analyse permet de faire disparaître, évidemment, la plupart des limitations des modèles analytiques.

Ensuite, ces considérations microscopiques sont intégrées dans un procédé multiéchelle. La méthode des éléments finis nous permet par la mise en place de ce procédé, de calculer la contrainte de rupture de composite unidirectionnel carbone/époxy sous chargement uniaxial mais aussi de prévoir la rupture prématurée du composite sous chargement de fluage, par accumulation de ruptures de fibres. Des résultats de calculs sur éprouvettes et sur réservoirs comparés à des mesures réalisées en laboratoire permettront de valider la méthode.

- une quatrième partie concerne la définition précise et l'industrialisation de la méthode de contrôle et de qualification choisie. Étant en mesure de prévoir la cinétique d'endommagement de composite unidirectionnel par ruptures de fibre, nous proposons une méthodologie spécifique aux réservoirs composites pour répondre à la question de la requalification des réservoirs en composites en service sur bus.

Pour terminer, nous présenterons la réalisation d'un contrôle des réservoirs d'un bus, sur le site industriel d'exploitation.

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une convention CIFRE entre l'ANRT, Gaz de France et le Centre des Matériaux de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Partie 1 -

Problématique

industrielle et démarche

Chapitre 1 - La problématique industrielle

1. Présentation de l'étude

1.1. Qu'est ce que le G.N.V. ?

Le sigle G.N.V. désigne le « Gaz Naturel pour Véhicules ». Il s'agit du gaz de réseau Gaz de France utilisé comme carburant pour différents types de véhicule. Le G.N.V. connaît déjà un développement très important à travers le monde (bus, bennes à ordures ménagères, véhicules lourds, véhicules légers). Pour illustration, nous pouvons citer des pays comme l'Argentine avec plus de 400000 véhicules fonctionnant au G.N.V. ou encore l'Amérique du Nord où cette technologie est déjà largement implantée.

1.2. Pourquoi ?

L'évolution très rapide des problèmes énergétiques et environnementaux impose d'utiliser pleinement les atouts des énergies alternatives. Les questions relatives aux émissions de CO₂, paramètres clé du risque de réchauffement climatique, et celles relatives à la contribution des filières alternatives pour alléger la dépendance pétrolière prennent une importance considérable. En effet, les multiples pics de pollution constatés ces dernières années ont mis en évidence la nécessité immédiate de réaliser un effort sur la qualité de l'air et donc sur la réduction des émissions polluantes en milieu urbain. Constitué presque en exclusivité de méthane (90%), le G.N.V. est un carburant intrinsèquement propre qui conduit à un faible rejet d'émissions polluantes comparé à l'essence, au diesel ou tout autre produit dérivé des hydrocarbures. Il présente l'avantage d'être une ressource dont les gisements sont indépendants de ceux du pétrole (contrairement au G.P.L.). De plus, il est disponible en grande quantité et issue de différents gisements.

Pour toutes ces raisons, l'utilisation du G.N.V. est aujourd'hui fortement soutenu par les pouvoirs publics.

1.3. Comment ?

Le G.N.V. contrairement au G.P.L. (Gaz de Pétrole Liquéfié) est stocké en phase gazeuse ce qui nécessite de comprimer le gaz pour obtenir un compromis acceptable entre autonomie des véhicules et encombrement des réservoirs. C'est pourquoi, ce type de technologie, tout au moins dans un premier temps, concerne en majorité les véhicules lourds et dans notre cas les bus de transport public (Figure 1.1) pour lesquels les solutions techniques sont plus faciles à mettre au point. Ainsi, pour le stockage embarqué du gaz naturel, le choix s'est orienté vers la solution des réservoirs en composite dont le gain de poids face à la solution « tout acier » permet une amélioration des coûts et de l'autonomie des véhicules.

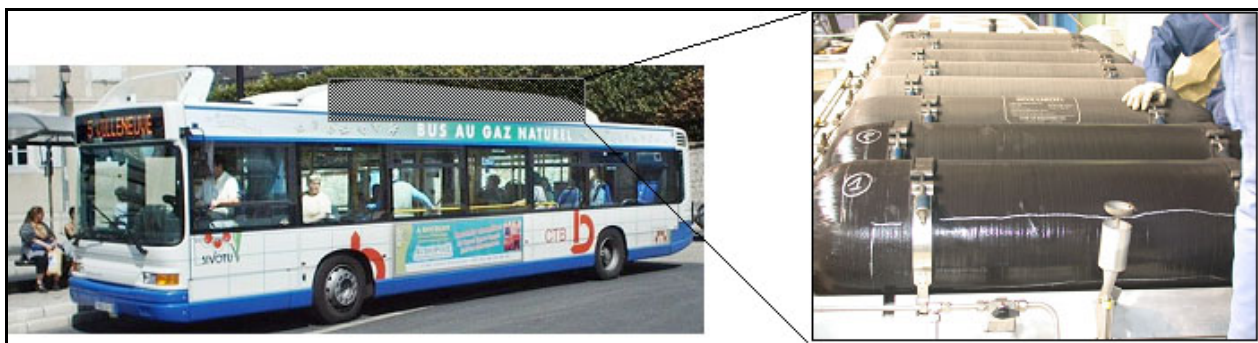


Figure 1.1 - Bus G.N.V. et positionnement des réservoirs sur le bus

2. Contexte industriel de l'étude

Les bus G.N.V. comportent entre 9 et 11 réservoirs sous pression à 200 bar, positionnés sur le toit, sur un cadre solidaire du bus (Figure 1.1). Ces réservoirs sont réalisés en composite carbone/époxy bobiné autour d'un liner qui assure l'étanchéité au gaz. Ces réservoirs ont été dimensionnés pour résister à un minimum de 15000 cycles de remplissage à 200 bar.

Le règlement européen n°110 (R110) en matière de législation sur les appareils hautes pressions en composite préconise une requalification périodique des réservoirs. Suivant les recommandations du fabricant du réservoir, l'exploitant a la possibilité de recourir :

- soit, à une ré-épreuve hydraulique des réservoirs pour une pression à 1,5 fois la pression de service. La tenue du réservoir à cette surpressurisation qualifie la structure jusqu'au prochain contrôle ;
- soit, à l'inspection visuelle des réservoirs. Ce contrôle consiste à vérifier la présence ou non de défauts normés en surface. Si aucun des défauts répertoriés ne dépasse le seuil d'acceptabilité défini dans les abaques, le réservoir est qualifié jusqu'au prochain contrôle.

La première solution n'est pas financièrement supportable à long terme pour l'exploitant en raison des coûts totaux (incluant notamment le démontage, la ré-épreuve, le manque à gagner dû à l'immobilisation). Par ailleurs, elle n'est pas techniquement satisfaisante dans la mesure où cette technique est basée sur la mécanique de la rupture des matériaux métalliques dont les mécanismes ne peuvent expliquer ceux apparaissant au sein des matériaux composites à matrice organique.

La seconde solution, forte de l'expérience acquise sur le marché de l'Amérique du Nord, depuis plus de 10 ans, s'avère être une alternative satisfaisante à la ré-épreuve hydraulique, dans la mesure où le texte impose, par ailleurs, une inspection visuelle du système de haute pression du bus, au moins tous les 36 mois. En effet, ce contrôle réduit considérablement les coûts et prend en compte les spécifications matériaux.

Toutefois, dans l'objectif d'une pérennisation de la filière véhicules lourds de transport de Gaz de France mais aussi dans l'objectif du transfert progressif de cette technologie aux véhicules légers, il est essentiel de développer une méthode de contrôle et de qualification non destructive des réservoirs composites, en éliminant toute part de subjectivité par une compréhension fine des mécanismes d'endommagement du composite. L'objectif est de gagner du temps et de l'argent par rapport aux méthodes actuelles et de présenter des résultats objectifs sur les défauts des réservoirs.

Une pré-étude menée par Gaz de France [1] sur la recherche d'une méthode de contrôle adaptée aux composites et à leurs défauts a abouti à retenir la technique de l'émission acoustique pour accéder à l'endommagement interne de la partie composite des réservoirs.

Pour mieux comprendre les raisons qui ont mené au choix de cette technique plutôt qu'une autre, il est nécessaire de rappeler les mécanismes d'endommagement des matériaux composites, à l'origine de leur rupture, pour comprendre ceux qui se révèlent prépondérants dans le cas des réservoirs composites en carbone/époxy.

Le chapitre suivant présente des généralités sur les matériaux composites, ainsi que le vocabulaire et les notations qui leur sont couramment associés, et dont nous nous servons ensuite dans la suite du document.

[1] Muller T., Gaz de France. Rapport interne sur la Recherche d'une méthode de contrôle non destructif pour les réservoirs composites des bus GNV, 1998.

Chapitre 2 : Généralités, vocabulaire et notations sur les matériaux composites à fibres longues et leurs endommagements

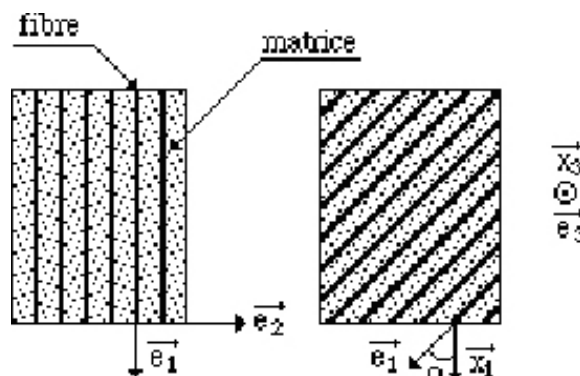
La rédaction de ce chapitre s'est inspirée du livre de Thionnet et al. [1] et de celui de Berthelot [2].

1. Description des matériaux composites à fibres longues et des stratifiés

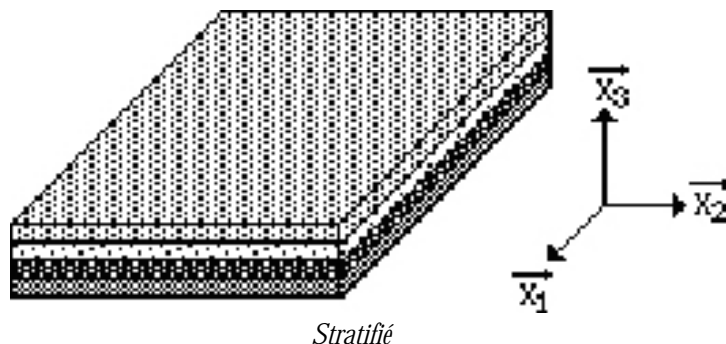
Les matériaux composites à fibres longues, plus communément désignés sous le terme de composites unidirectionnels se présentent sous la forme de nappes minces (appelées aussi plis ou couches) où des fibres (le renfort du composite) longues et parallèles sont noyées dans un liant (la matrice du composite) qui en assure la cohésion. L'élaboration d'un composite stratifié (appelé aussi empilement) de type plaque plane consiste à empiler et coller un certain nombre de ces nappes pour lesquelles les fibres de chacune d'entre elles sont orientées suivant un angle donné par rapport à une direction choisie.

Afin de préciser cette orientation, on a pour habitude de définir en premier lieu un repère orthonormé de référence associé au stratifié. Il est noté $R = (O, \bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{x}_3)$ et b est sa base. Le vecteur \bar{x}_3 définit la direction perpendiculaire au plan du stratifié et le vecteur \bar{x}_1 celle à partir de laquelle on compte les angles des nappes (Figure 2.1 et Figure 2.2). On définit ensuite un repère orthonormé associé à chacune des nappes du stratifié : c'est le repère local de la nappe. Si l'indice i désigne la i -ème couche du stratifié (en partant du bas), on le note $R_{loc}^i = (O', \bar{x}_1^i, \bar{x}_2^i, \bar{x}_3^i)$ et b_{loc}^i est sa base. La direction définie par le vecteur \bar{e}_1^i est celle des fibres et on pose : $\theta_i = (\widehat{\bar{x}_1, \bar{e}_1^i})$. La direction orthogonale au plan moyen de la nappe i est \bar{e}_3^i avec $\bar{e}_3^i = \bar{x}_3$. Enfin, le repère local de la nappe de base hors d'une stratification est noté $R_{loc} = (O', \bar{e}_1, \bar{e}_2, \bar{e}_3)$ et b_{loc} est la base associée. La direction définie par le vecteur \bar{e}_1^i est celle des fibres et \bar{e}_3 celle orthogonale au plan moyen.

La description d'un stratifié constitué par l'empilement de n nappes identiques mais désorientées dont les angles sont (en partant du bas) $\theta_1, \theta_2, \dots, \theta_n$, est usuellement réalisée en décrivant la séquence d'empilement des couches au travers de leur angle de désorientation, de la manière suivante : $(\theta_1^\circ, \theta_2^\circ, \dots, \theta_n^\circ)$.

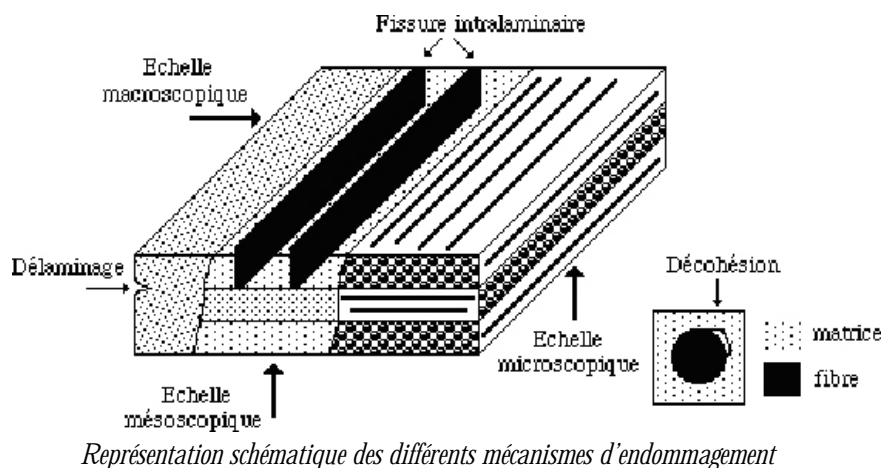


Nappe unidirectionnelle et orientée



Usuellement, on définit trois échelles de travail nécessaires à la description des matériaux composites (Figure 2.3)

- l'échelle microscopique qui distingue les fibres de la matrice ;
- l'échelle mésoscopique qui ne distingue plus les fibres de la matrice mais voit chacune des couches comme étant constituée d'un matériau homogène ;
- l'échelle macroscopique qui ne distingue pas les couches de la séquence.



Représentation schématique des différents mécanismes d'endommagement

2. Généralités sur l'endommagement des composites

La ruine (ou rupture) macroscopique d'un matériau ou d'une structure composite n'est pas initiée par un unique mécanisme d'endommagement comme nous pouvons le rencontrer dans les matériaux métalliques. En effet, la rupture d'un composite est le résultat d'une somme de dégradations observées à différentes échelles du composite. Ainsi, les différents mécanismes d'endommagement (Figure 2.3) susceptibles d'être rencontrés dans les matériaux ou structures composites sont :

- à l'échelle microscopique, d'une part, la rupture d'adhérence entre les fibres et la matrice (c'est le phénomène de décohésion) et d'autre part, la rupture de fibre ;
- à l'échelle mésoscopique, l'apparition au sein de la matrice, de fissures dites intra-laminaires, parallèles à la direction des fibres ;
- à l'échelle macroscopique, le phénomène de décollement inter-ply (c'est le délaminage).

Evidemment ces mécanismes d'endommagement ne sont pas uniformément présents au sein du matériau. Ils dépendent notamment de la sollicitation, de l'architecture des constituants et de l'orientation des plis.

La rupture des fibres, induite essentiellement par une traction axiale, intervient lorsque la contrainte de traction dans une fibre atteint la contrainte de rupture de la fibre. Ces ruptures de fibres entraînent des concentrations de contraintes de cisaillement à l'interface fibre-matrice. Elles favorisent la multiplication des ruptures des fibres voisines intactes, combinant l'aspect statistique de la rupture de la fibre et les capacités de report de charge dans la matrice. Sous chargement constant, l'augmentation de charge n'étant plus le facteur d'activation de l'accumulation de ruptures de fibres, il faut envisager les propriétés viscoélastiques de la matrice pour justifier de sa poursuite.

La ruine des stratifiés est le résultat de la combinaison de l'ensemble des mécanismes élémentaires d'endommagement du pli unidirectionnel (décohésion fibre-matrice, fissures intralaminaires, rupture de fibres), auquel s'ajoute le mécanisme de rupture entre couches (délaminage). Ces mécanismes sont initiés, entre autres, par la présence des fissures intralaminaires en raison des concentrations de contraintes induites, des discontinuités des champs de contrainte entre les plis, des défauts initiaux liés au procédé de fabrication et des effets de bords (négligeables dans le cas de structure tubulaire).

Le chapitre suivant évalue le mode d'endommagement des réservoirs composites en carbone/époxy soumis à l'effet de la pression interne.

- [1] Thionnet A., Martin C., Barradas S., Mécanique et comportements des milieux continus, Applications et théorie des invariants, tome 2, Ellipses, 2004.
- [2] Berthelot J-M., Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures, Masson, 1999.

Chapitre 3 - Conception des réservoirs composites G.N.V., mode d'endommagement et proposition d'un protocole de qualification

1. Conception des réservoirs

Comme nous avons déjà pu l'indiquer précédemment, les bus G.N.V. sont équipés de réservoirs composites sous pression à 200 bar (Figure 3.1). Ces réservoirs, d'une manière générale, sont constitués d'une enveloppe étanche appelée liner (Figure 3.2), renforcée par un matériau associant des fibres, apportant résistance et rigidité, et une matrice en matière plastique, jouant le rôle de liant.



Figure 3.1 - Réservoirs G.N.V. positionnés sur le toit d'un bus

Actuellement, nous pouvons trouver sur les bus circulant en France, deux types de réservoirs qui se distinguent par la nature de leur liner (Figure 3.2). Le premier est constitué d'un liner en aluminium et le second d'un liner en polyéthylène haute densité, respectivement baptisé réservoir de type 3 et de type 4. Le premier est fourni par la société Dynetek[®] et le second par la société Ullit[®] (Figure 3.3).

Pour ce qui est du renforcement en matériau composite, la fibre utilisée est la fibre de carbone (Torayca[®] T600S) et la matrice utilisée est une matrice époxy, propre à chaque fabricant.

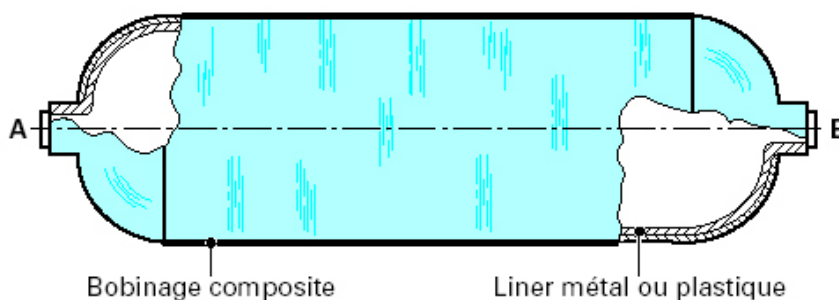


Figure 3.2 - Schéma d'un réservoir composite

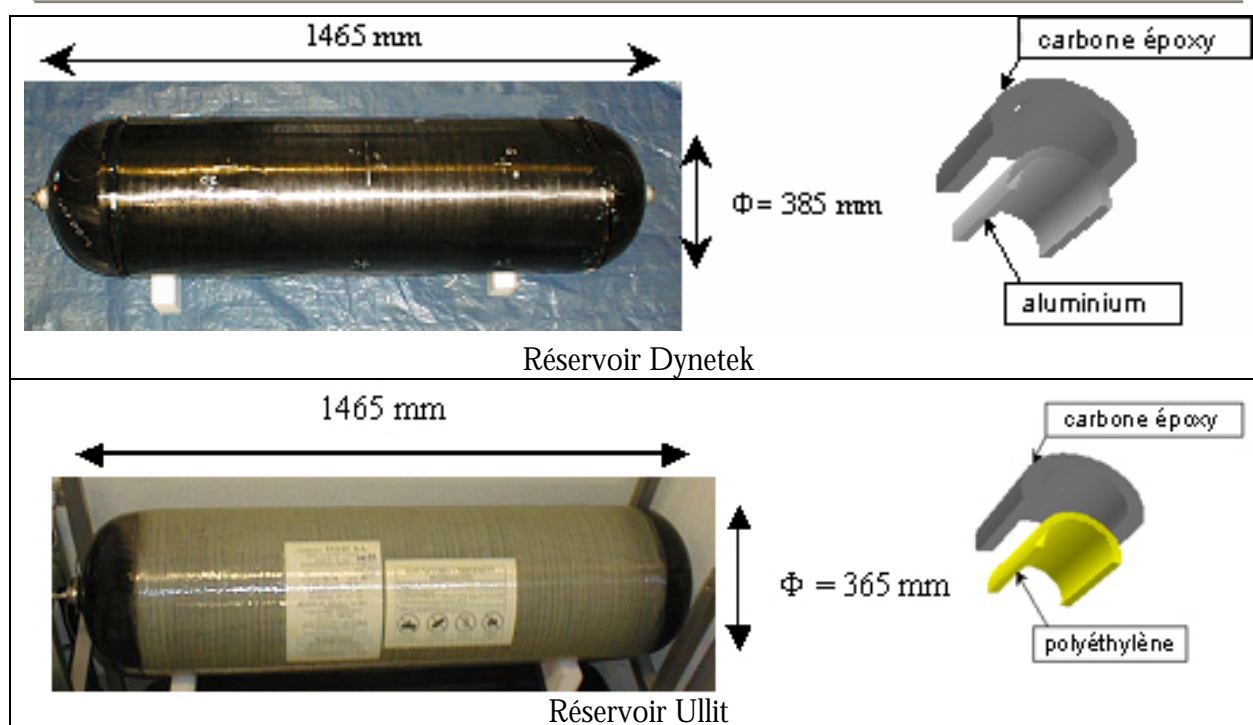
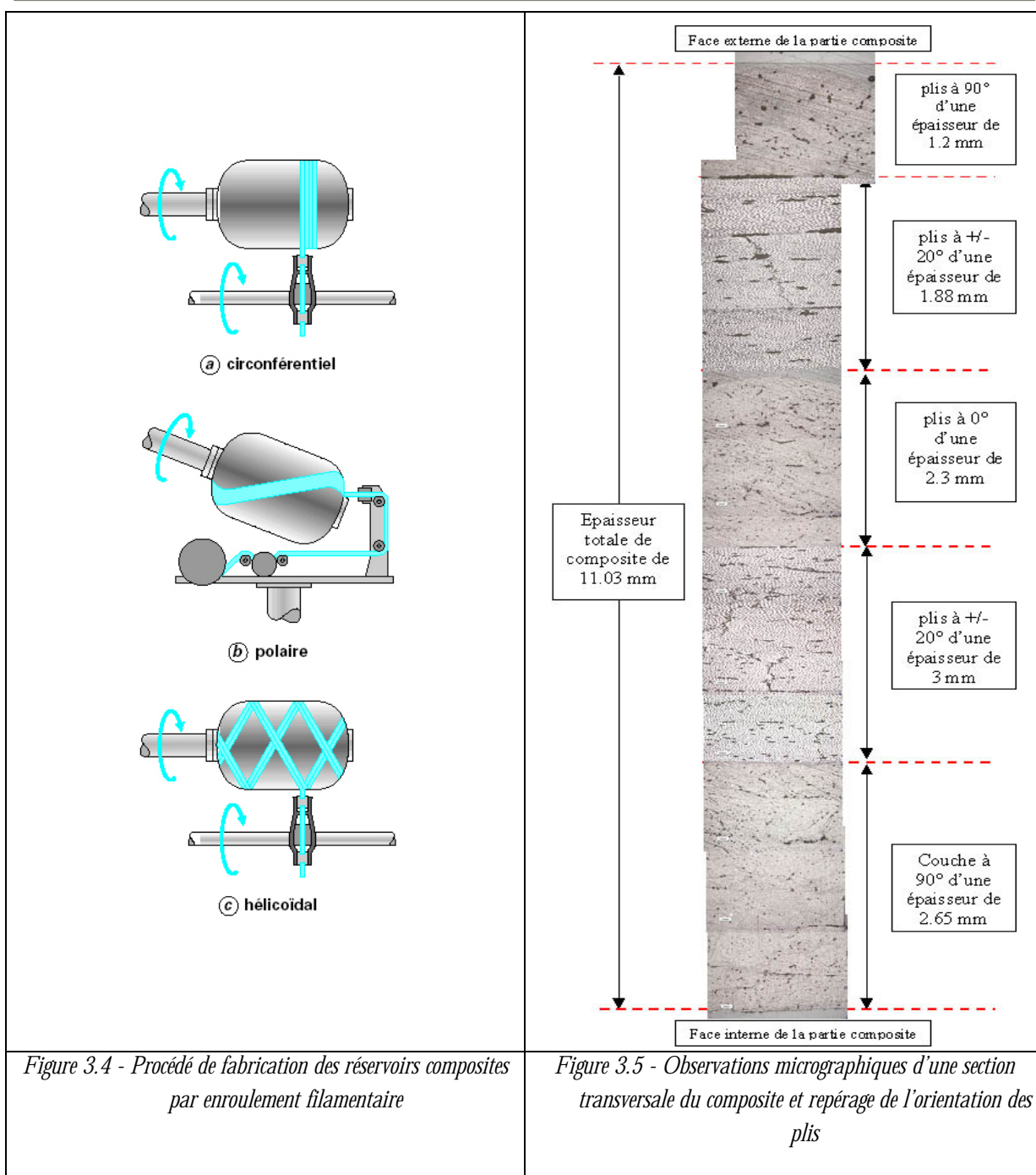


Figure 3.3 - Les deux types de réservoirs équipant les bus G.N.V.

La partie composite est réalisée selon le procédé de l'enroulement filamentaire sur le liner mis en rotation qui joue le rôle de mandrin (Figure 3.2). La nappe imprégnée de résine appliquée sur le liner, par un mouvement de va-et-vient permet d'obtenir suivant la vitesse de déplacement du système de guidage, les différents types d'enroulement (Figure 3.4) nécessaire au bobinage complet du réservoir. La séquence d'empilement généralement retenue pour le composite dans le cas d'un bobinage complet est de type $90^\circ/\pm\theta$ (avec $\theta \approx 20^\circ$) par rapport à l'axe principal AB (Figure 3.2). Une observation au microscope optique d'une coupe transversale (Figure 3.5) de la partie composite, nous a permis de définir le type de séquençage adopté pour la conception du stratifié, ainsi que les épaisseurs des différentes couches.

Ce bobinage conduit à une structure stratifiée équilibrée du type $(90^\circ, +20^\circ, -20^\circ, 90^\circ, -20^\circ, +20^\circ, 90^\circ)$ où :

- les couches croisées à $\pm 20^\circ$ par rapport à l'axe principal AB (Figure 3.2), qui contournent les embouts, sont destinées à reprendre les efforts longitudinaux induits par la pression du fluide sur les embouts du cylindre ;
- les couches à 90° par rapport à l'axe principal AB (Figure 3.2) sont destinées à reprendre les efforts transversaux induits par la pression du fluide sur les parois tubulaires du cylindre.



2. Mode d'endommagement principal des réservoirs composites en conditions d'utilisation. Proposition d'un protocole de contrôle et de qualification

La partie composite du réservoir s'apparente à un composite stratifié. Mais, en réalité, chaque orientation de l'enroulement filamentaire correspond à une position géométrique des fibres de carbone suivant des courbes géodésiques. En effet, les mèches de fibres sont bobinées sous tension ce qui implique que l'angle de bobinage correspond à un positionnement naturel de la fibre pour reprendre les efforts induits par la pression interne. Ce positionnement des fibres de carbone, conduit, à l'échelle des constituants, à les solliciter uniquement en traction uniaxiale. Par conséquent, les différents plis du réservoir sont sollicités en traction uniaxiale dont le mode d'endommagement principal est la rupture de fibres. Le mécanisme d'endommagement par délaminage, dans les conditions normales d'utilisation,

pouvant s'initier à l'interface des couches peut, dans ce cas, être négligé en raison du caractère bobiné de la structure. Les essais à rupture réalisés sur ce type de réservoir ont confirmé la défaillance de la partie cylindrique du réservoir par ruptures de fibres (Figure 3.6).

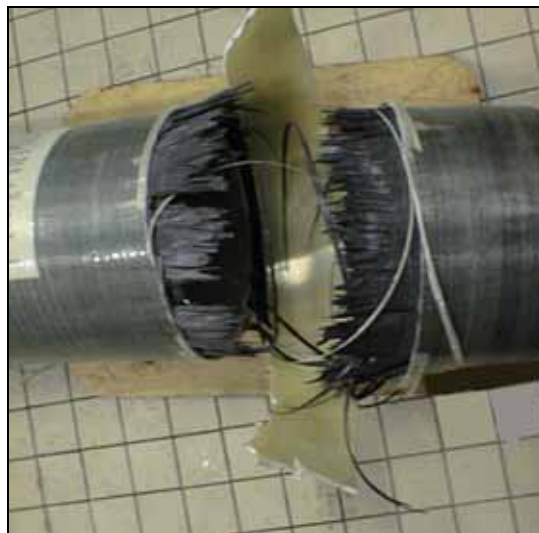


Figure 3.6 - Exemple de rupture d'un réservoir de type 4

Les réservoirs composites G.N.V. sur bus sont soumis à des cycles de remplissage à 200 bar au cours de leurs 15 années d'utilisation correspondant à deux types distincts de sollicitation mécanique :

- une sollicitation de type fatigue : environ 15000 cycles de pressurisation 15-200 bar ;
- une sollicitation de type fluage : on suppose un maintien stabilisé de la pression à 200 bar des réservoirs entre les cycles de remplissage.

L'endommagement des réservoirs composites dans le respect des conditions d'utilisation (pas de chocs) est essentiellement contrôlé par la rupture de fibres. Ceci implique que la technique de contrôle doit être en mesure de quantifier un endommagement diffus par accumulation de ruptures de fibres au sein de la structure composite. Ainsi, il est nécessaire pour prédire la durée de vie de la structure d'être en mesure de quantifier précisément le nombre de ruptures de fibres.

La règle de qualification des réservoirs sera alors la suivante : connaissant la courbe d'événements cumulés de l'endommagement existant au sein de la structure (courbe de référence), comparer à un instant t (la date choisie pour effectuer le contrôle), le taux d'endommagement mesuré, à celui de la courbe de référence. Si ce taux mesuré est inférieur à celui de référence, alors le réservoir est qualifié sinon le réservoir est mis au rebut. Nous reviendrons plus en détails sur ce protocole dans la quatrième partie après avoir vérifié expérimentalement que l'émission acoustique enregistrée est bien représentative de l'endommagement par rupture de fibres de la structure.

Compte tenu du mode d'endommagement du réservoir, l'étude de composites unidirectionnels est la voie choisie pour l'identification des mécanismes à l'origine de l'accumulation des ruptures de fibres et sera développée dans la deuxième partie de ce mémoire.

Mais auparavant, nous allons voir dans le chapitre suivant que l'émission acoustique est l'outil adéquat permettant de suivre en temps réel et de quantifier ce type d'endommagement. Chaque étude menée sur l'utilisation de l'émission acoustique dans le domaine du contrôle de structures composites sera analysée ainsi que les éléments théoriques avancés pour justifier le comportement acoustique du matériau sous diverses sollicitations.

Chapitre 4 - L'Emission Acoustique

1. Pourquoi la technique de l'Emission Acoustique ?

Le choix de la technique de l'émission acoustique comme moyen potentiel de contrôle des réservoirs composites G.N.V. est le résultat des conclusions tirées d'une étude menée par Gaz de France [1].

Ainsi, l'exclusion des autres techniques potentielles a été en grande majorité dû :

- d'une part à la contrainte matérielle de non-démontage des réservoirs pour réaliser le contrôle ;
- d'autre part à la nécessité d'un critère d'acceptation ou de rejet objectif pour écarter les contrôles locaux, inadaptés à la quantification de l'endommagement global des réservoirs (rupture de fibres sur l'ensemble de la structure).

De nombreuses études antérieures montrent que la technique de contrôle par émission acoustique permet de quantifier et de détecter en temps réel l'endommagement interne des composites soumis à des sollicitations mécaniques. Aussi, nous allons aborder plus en détail dans ce paragraphe les éléments techniques et théoriques de la technique permettant de la retenir comme méthode potentielle.

1.1. Généralités sur l'Emission Acoustique

La norme NF A 09-350 [2] définit l'émission acoustique comme « *un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à sollicitation* ». Cette libération d'énergie résulte de modifications microstructurales par un réarrangement de la matière. De cette définition, découlent les principales caractéristiques de la méthode :

- c'est une méthode passive d'enregistrement volumique d'une forme de réponse d'un matériau face à une sollicitation mécanique ;
- la technique est non directionnelle, les sources émissives irradient leur énergie dans toutes les directions ;
- l'émission acoustique est sensible à la croissance et à la multiplication des défauts et aux changements dans le matériau plutôt qu'à la présence de défauts statiques : la détection ne peut se faire qu'au moment même où s'effectue le relâchement de contraintes donnant naissance à l'émission.

La technique de l'émission acoustique consiste à détecter ces ondes pour en extraire des informations en temps réel sur le comportement du matériau.

On distingue communément l'émission acoustique continue de l'émission acoustique discrète par salves (ou pulses). L'émission discrète est constituée de signaux transitoires aléatoires de fortes énergies et de courte durée. L'émission continue correspond à l'augmentation ponctuelle d'un bruit de fond qui s'apparente, par exemple, aux mouvements des dislocations dans un métal.

Dans le cas des matériaux composites unidirectionnels soumis à une sollicitation, chaque mécanisme d'endommagement (décohésion, fissuration intralaminare, rupture de fibres (Figure 2.3)) est source d'une onde d'émission acoustique de type discret. Chacun de ces phénomènes est reconnu comme brutal, c'est-à-dire que son apparition et sa propagation complète sont deux phénomènes quasi-confondus. Il est commun d'assimiler la salve détectée à un mécanisme d'endommagement du composite. La salve est

convertie en signal électrique par l'intermédiaire d'un capteur piézoélectrique situé en peau du matériau. A partir d'un tel signal sont définis différents paramètres permettant de classer les pulses par famille (Figure 4.1). Ils peuvent, à condition de pouvoir isoler chaque mécanisme d'endommagement, devenir une signature du mécanisme considéré. Cependant, l'altération de l'onde initiale au cours de son parcours dans le matériau (franchissement des innombrables interfaces du milieu hétérogène et anisotrope du composite) rend la séparation et la reconnaissance des mécanismes d'endommagement très délicates. A ce titre, les travaux de recherche sur l'émission acoustique peuvent être classés en deux catégories distinctes :

- une première catégorie d'études s'est attachée à l'aspect qualitatif des phénomènes et s'est donc concentrée sur la reconnaissance des mécanismes d'endommagement à l'origine de l'émission par l'analyse des paramètres de la salve ;
- une seconde catégorie d'études s'est attachée à l'aspect quantitatif des phénomènes et s'est donc concentrée sur la recherche d'un moyen de détection de l'endommagement ayant pour objectif de le quantifier dans sa globalité.

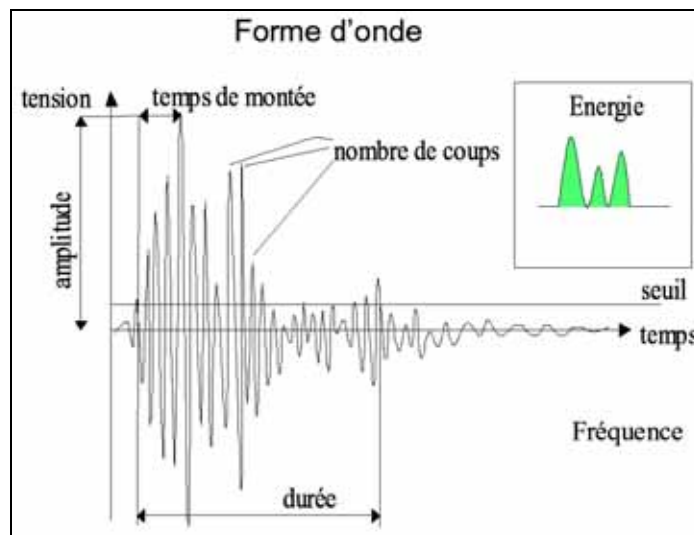


Figure 4.1 - Principaux paramètres mesurés en temps réel sur une salve d'émission acoustique

1.2. Etudes des matériaux composites par Emission Acoustique

1.2.1. Aspect qualitatif

Partant du constat que la technique de l'émission acoustique permet un suivi en temps réel des mécanismes d'endommagement intervenant au sein des structures, la recherche s'efforce, depuis maintenant plus de trente ans, de reconnaître et de séparer les différents modes d'endommagement des matériaux composites sans parvenir au développement d'une méthode de contrôle d'une structure fiable et facile d'utilisation.

La plupart des travaux se sont concentrés sur la recherche d'une signature propre à chacun des mécanismes d'endommagement. Partant du principe que chaque mécanisme d'endommagement a une signature acoustique propre, l'analyse des paramètres de la salve générée sur des composites modèles doit permettre de séparer les différents mécanismes d'endommagement. Mullin et Coll [3], à l'origine de cette initiative, n'ont pas pu mettre en application leur principe en raison des limitations technologiques (rapidité d'acquisition, largeur de bande des capteurs piézoélectriques trop étroites). Cependant, avec les progrès de l'électronique et de l'informatique, cette voie a connu un nouvel essor dans les années 80 et qui se poursuit aujourd'hui.

Plusieurs auteurs ont pu reconnaître et séparer, à partir de l'analyse d'un des paramètres de la salve différents mécanismes d'endommagement du matériau avec un certain succès pour l'étude de composites modèles [4 ,5 ,6 ,7]. Cependant, le passage à des structures plus complexes (matériaux croisés) a rendu cette démarche infructueuse : la multiplication des interfaces dans le matériau modifie et atténue trop fortement la signature initiale des mécanismes pour être clairement identifiée. Citons les travaux de Hamstad et Downs [8, 9] sur l'application de ce type d'analyse aux réservoirs composites où il leur a été impossible de statuer sur les mécanismes d'endommagement à l'origine des ondes détectées.

Récemment, cet axe de recherche s'est vu relancer avec l'apparition de l'analyse par les méthodes de calcul de type réseaux de neurones [10, 11, 12]. Cette technique d'analyse consiste à définir des classes de reconnaissance où, à partir d'essais spécifiques favorisant un type d'endommagement, on considère l'ensemble des paramètres d'une salve et non plus un seul. Ce type d'analyse s'avère être assez efficace sur des composites de laboratoire, mais son applicabilité à des structures plus complexes se doit d'être vérifiée.

1.2.2. Aspect quantitatif

Parallèlement, l'émission acoustique a été utilisée comme moyen de contrôle de l'évolution de l'endommagement au cours du temps mais aussi de qualification d'éprouvettes ou de structures composites par comparaison à un essai de référence. Il s'agit alors de l'utiliser comme moyen de contrôle global renseignant sur l'évolution des défauts sous l'action d'une sollicitation. Elle permet un suivi permanent de la structure en fournissant une information quantitative de l'endommagement présent.

Les études menées sur des éprouvettes de composite unidirectionnel carbone/époxy ont mis en évidence la reproductibilité de la méthode quant à la réponse acoustique représentative de l'état d'endommagement du matériau [13].

Des essais de traction uniaxiale jusqu'à rupture [13] ont permis de montrer que la courbe du nombre cumulé de salves en fonction de la charge appliquée décrit une augmentation quasi exponentielle, et suit le modèle d'endommagement proposé par Zweben et Rosen [14, 15].

Des essais de chargement cyclique ou constant [16] ont montré que le matériau n'émet quasiment pas à la décharge et que le taux d'émission diminue rapidement avec le temps (Figure 4.2). Par ailleurs, il apparaît que le diagramme de charge-endommagement semble être unique.

Fuwa, Bunsell et Harris [17, 18] ont montré que l'augmentation de la charge après une sollicitation cyclique induit une augmentation du nombre de salves cumulées conforme à l'extrapolation de la courbe obtenue lors du premier cycle de traction (Figure 4.3). Par ailleurs, en dépit de la complexité géométrique structurelle des réservoirs bobinés en composite, leur réponse, en terme de comportement acoustique à des chargements monotones, cycliques ou statiques, est similaire à celle des éprouvettes unidirectionnelles.

Ces auteurs ont alors conclu que ce type de comportement suppose une relation directe entre le nombre cumulé de salves et l'endommagement de la structure par rupture de fibres.

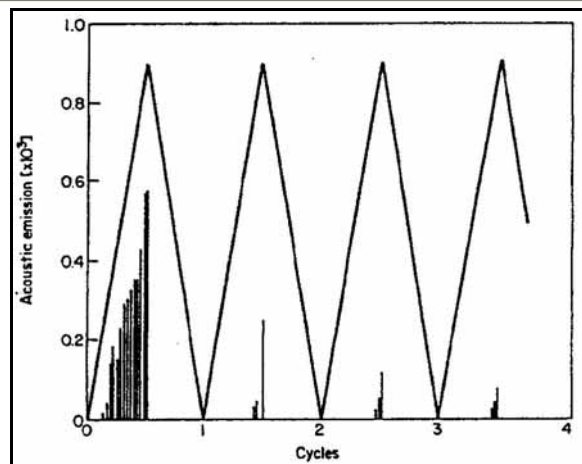


Figure 4.2 - Comportement acoustique d'un composite unidirectionnel ou d'un réservoir soumis à une sollicitation cyclique

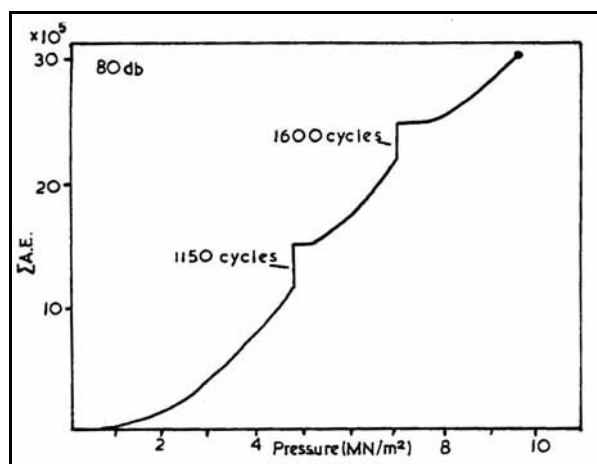


Figure 4.3 - Emissions acoustiques obtenues d'un réservoir sphérique soumis à une sollicitation cyclique à deux niveaux de pression

La reproductibilité de la réponse acoustique des réservoirs composites à une sollicitation donnée a donné lieu à une méthode de certification normalisée des réservoirs par le C.A.R.P. (Committee on Acoustic Emission from Reinforced Plastics) sous la désignation code CARP, ainsi que par l'A.S.T.M. (American Society for Testing Materials) sous la norme ASTM E 1118, pour l'inspection de tuyauteries et de réservoirs en résine therm durcissable renforcée de fibres de verre. Cette méthode a pour but de fixer les termes de référence communs pour la pratique de l'émission acoustique. Les résultats de la méthode CARP sont empiriques et reposent sur des calculs statistiques à partir de milliers d'expériences. Il s'agit de corréliser statistiquement les différents types de signaux observés avec la stabilité des défauts mis en évidence (stabilité qui est jugée par l'évolution du signal lors de la mise sous pression de la structure). L'absence de compréhension des mécanismes d'endommagement à l'origine de l'activité acoustique laisse une part importante à la subjectivité et n'assure pas que les structures rejetées présentent un risque de défaillance lors de leur utilisation.

Ne se satisfaisant pas de cette méthode de contrôle, Bunsell et al. [19], suite à ses travaux avec Fuwa et Harris a cherché à identifier les mécanismes d'endommagement à l'origine de l'activité acoustique de composites unidirectionnels ou de structures proches sous chargement constant. Ainsi, Laroche [20] a proposé une expression mathématique permettant de prévoir l'évolution de l'émission acoustique dans le cas des matériaux carbone/époxy unidirectionnels. Valentin [21] puis Ponsot [22] l'ont appliquée à des matériaux croisés et des tubes bobinés carbone/époxy et enfin Mouhamath [23] à des réservoirs sphériques carbone/époxy. L'ensemble de ces travaux a démontré, dans le cas d'un endommagement

contrôlé par la rupture de fibres, qu'il est possible, sous charge constante, de déterminer une cinétique d'endommagement et donc de prévoir la durée de vie résiduelle d'une structure en carbone/époxy.

Cette méthode s'est révélée efficace mais n'a pu s'imposer en tant que méthode de contrôle, faute d'une validation théorique de ces hypothèses. Le paragraphe suivant revient plus en détails sur les éléments forts de cette dernière méthode d'expertise basée sur la technique de l'émission acoustique, qui justifie le choix de notre démarche. Nous verrons alors quels sont les objectifs à atteindre pour valider cette méthode comme moyen de contrôle fiable des réservoirs composite G.N.V. des véhicules de transport public.

2. Principes et éléments théoriques de la méthode de contrôle par émission acoustique

Les travaux de Laroche [20] sur l'accumulation d'endommagement dans le carbone/époxy détecté par émission acoustique sont à l'origine de l'utilisation de cette technique comme moyen de contrôle des composites unidirectionnels carbone/époxy. Ensuite des travaux complémentaires ont cherché à l'adapter à des structures plus complexes. C'est pourquoi il semble nécessaire de reprendre les points importants de ces études qui sont les éléments de base de nos travaux de recherche.

2.1. Résultats fondamentaux des travaux de Laroche [20]

Le comportement acoustique de composite unidirectionnel soumis à un chargement constant en traction uniaxiale est reproductible et la courbe reliant le nombre de salves enregistrées en fonction du temps de maintien suit une courbe logarithmique (Figure 4.4). A partir de l'accumulation d'événements obtenus sous charge constante, une équation modélisant ce phénomène a pu être déterminée et se présente sous la forme suivante :

$$N = A \times \ln\left(\frac{t + \tau}{\tau}\right) = \lambda \times \exp\left(k \frac{\sigma}{\sigma_r}\right) \times \ln\left(\frac{t + \tau}{\tau}\right)$$

où N le nombre total d'évènements depuis l'atteinte de la charge de fluage, t le temps, τ une constante de temps, λ un paramètre d'ajustement, k une constante caractéristique du matériau et σ_r la contrainte de rupture de l'éprouvette. La formulation de A est obtenue par la réalisation de plusieurs paliers successifs à différents niveaux de chargement.

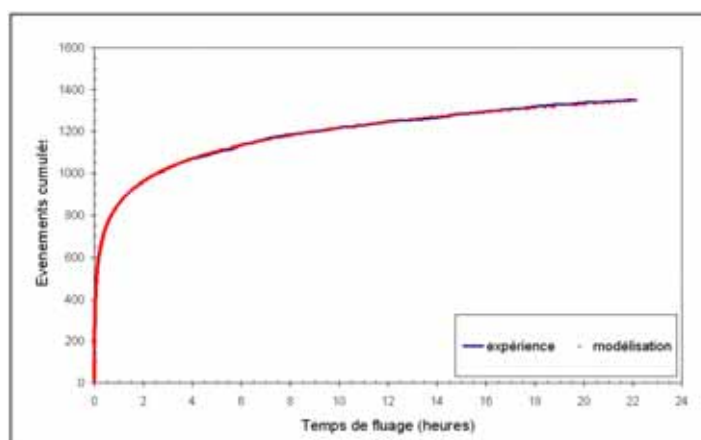


Figure 4.4 - Courbe logarithmique d'accumulation d'évènements d'un composite unidirectionnel sous une charge constante

Par ailleurs, le résultat de l'émission acoustique rend compte effectivement d'un endommagement interne dans la mesure où il est indépendant du chemin de sollicitation suivi :

- le nombre d'émissions accumulées au cours de paliers successifs, à un même niveau de charge, correspond au nombre d'émissions accumulées en un unique palier d'une durée égale à la somme des durées de chacun des paliers ;
- une surcharge par rapport à une charge d'utilisation équivaut à un vieillissement artificiel du matériau tandis qu'une diminution du niveau de chargement correspond à un ralentissement de l'endommagement interne.

Sans établir une preuve absolue, suite aux différents essais menés sur des composites réticulés, semi et non réticulés, soumis à différents modes de sollicitations, cet endommagement interne est dû en majorité à l'accumulation de ruptures de fibres.

Pour justifier cela, Laroche met en évidence que le mécanisme responsable, est la synthèse de deux modèles très différents, l'un cherchant à assimiler le matériau composite à un faisceau de fibres pour lequel seule la charge maximale appliquée intervient et l'autre considérant essentiellement une cinétique de dégradation pour laquelle la charge n'est qu'un facteur d'activation. Il a conclu que le premier peut être relié aux ruptures de fibres initiales provoquées par l'application de la charge et l'autre à la multiplication de ces ruptures par transfert de charge, au cours du temps.

2.1.1. Modèle du faisceau de fibres

Les fibres sont supposées parfaitement élastiques et la matrice ne joue qu'un rôle de liant (exemples des composites semi et non polymérisés) mais elle n'intervient donc pas dans la répartition des sollicitations mécaniques et la résistance à rupture du composite. Connaissant la probabilité de rupture de la fibre dans le faisceau, la courbe de charge-endommagement du faisceau (Figure 4.5) est donnée par la formule suivante :

$$P = (N_0 - N_f) \times f_0 \left[\ln \left(\frac{N_0}{N_0 - N_f} \right)^{1/m} \right]$$

où P est la charge appliquée, N_f le nombre de fibres rompues, N_0 le nombre total de fibres, f_0 le facteur d'échelle de la fonction de Weibull, m le module de Weibull.

Nous constatons (Figure 4.5) que l'endommagement passe par un maximum N^* correspondant à la charge maximale P_{rupt} applicable au faisceau. La rupture des fibres les plus faibles dans la limite de N^* ne modifie pas la charge maximale admissible par le faisceau, ce qui explique l'absence de réduction de la résistance résiduelle de composites unidirectionnels ayant subi des paliers de fluage à des niveaux inférieurs à la charge maximale [24].

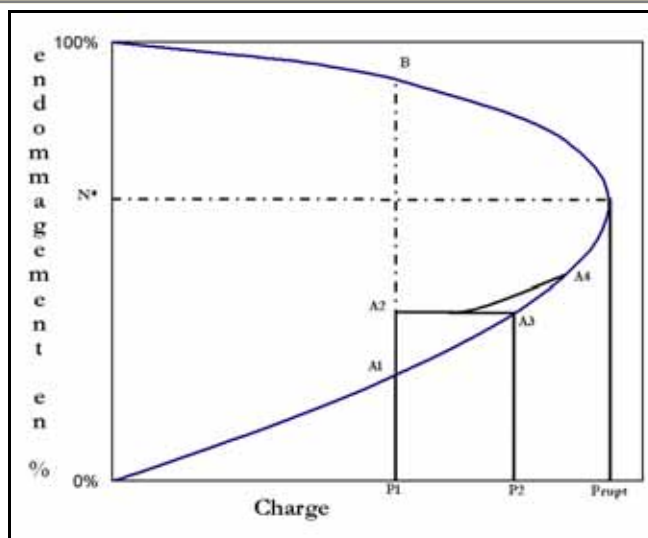


Figure 4.5 - Endommagement accumulé en fonction de la charge selon le modèle du faisceau de fibres

Les différences essentielles qui font que le modèle du faisceau de fibres ne peut plus s'appliquer au composite dans le cas de chargement statique sont :

- si on impose une charge constante P_1 , dans le cas du modèle du faisceau de fibres, l'endommagement est nul et on reste en position A_1 . Cependant on constate que la réponse acoustique du composite est logarithmique si bien que l'on se déplace lentement le long de la droite A_1A_2 . Pour un palier suffisamment long on pourrait atteindre la rupture, au point B , en suivant la droite A_1B ;
- si l'on augmente à nouveau la charge pour atteindre une charge constante P_2 après avoir atteint le point A_2 , on suivra, dans le cas du modèle de faisceau de fibres, la ligne A_2A_3 jusqu'à rejoindre l'enveloppe maîtresse. Pour le composite, à cause des mécanismes de report de charges, on aura plutôt une évolution suivant la ligne A_2A_4 .

2.1.2. Modèle de la rupture différée

Le composite d'après le modèle de Rosen et Zweben [14, 15] est assimilé à une chaîne de N faisceaux de m fibres dont chaque maillon a pour longueur, la longueur inefficace δ . Cette longueur est définie comme la longueur nécessaire pour que la contrainte effective dans la fibre rompue atteigne, par cisaillement de la matrice, une fraction donnée φ de la charge nominale σ_{f_0} , tel que $\sigma(\delta) = \varphi \sigma_{f_0}$.

Cependant, la matrice a un comportement viscoélastique. Dès lors, Lipschitz et Rotem [25] ont montré au travers d'un calcul de probabilité de rupture de composites unidirectionnels basé sur le modèle de Rosen [14], que les propriétés viscoélastiques de la matrice peuvent entraîner une rupture différée. Cette évaluation de la probabilité de rupture est basée sur l'augmentation en fonction du temps de la longueur inefficace δ de la fibre rompue due à la relaxation des contraintes de cisaillement de la matrice (Figure 4.6).

On comprend donc que la cinétique d'accumulation de rupture de fibres dépend des propriétés viscoélastiques de la matrice et des mécanismes de transfert de charge qui entraînent une surcharge sur les fibres voisines intactes (Zweben, [15]).

Dès lors, connaissant l'expression mathématique de l'accumulation d'endommagement du composite en fonction du temps à une charge donnée, il est possible de déterminer un temps de vie restant par comparaison de l'activité acoustique globale à un critère limite N^* . Cette démarche est la base du contrôle usuel de requalification des structures composites.

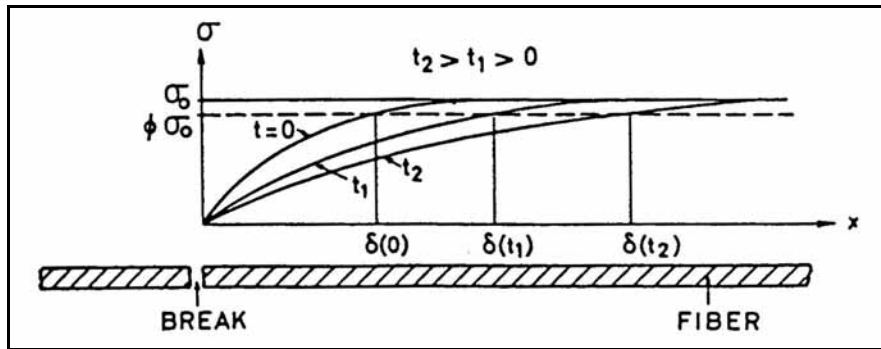


Figure 4.6 - Variation de la contrainte en bout de fibre dans le cas d'une matrice viscoélastique

2.2. Les travaux complémentaires

Suite aux avancées de Laroche dans l'utilisation de l'émission acoustique sur les composites unidirectionnels pour quantifier l'endommagement en fonction de la cinétique d'accumulation de « rupture de fibres », les travaux qui ont suivi, ont recherché à étendre cette technique à des structures composites carbone/époxy plus complexes que le cas de composites unidirectionnels.

A ce titre, citons les travaux de Valentin [21], qui montra que pour des essais sur composites unidirectionnels et sur tubes bobinés, suffisamment longs et pour des contraintes élevées, que la loi d'émission s'écarte de la loi linéaire proposée par Laroche [20]. Il proposa une modification de cette loi par l'adjonction d'un paramètre sans dimension n dans l'expression du taux d'émission tel que :

$$\frac{dN}{dt} = \frac{A}{(t + \tau)^n}$$

soit pour la courbe d'accumulation d'émission en fonction du temps, l'équation :

$$N = \frac{A}{1-n} \left[(t + \tau)^{1-n} - \tau^{1-n} \right]$$

Valentin a pu montrer par des essais hors axes sur éprouvettes unidirectionnelles et sur tubes bobinés que ce coefficient n traduit la part croissante de mécanismes d'endommagement autres que ceux intervenant dans la dégradation du matériau unidirectionnel dans le cas d'un modèle de faisceau de fibres. Le Tableau 4.1 donne les valeurs de n pour différentes stratifications d'un composite carbone/époxy.

Stratifiés	(0°)	(0°, 90°, 0°)	(+15°, -15°, -15°, +15°)	Tubes bobinés (0°, 90°, 0°)	(+30°, -30°, -30°, +30°)
n	0.99	0.98	0.05	0.9	0.7 < n < 1

Tableau 4.1 - Variation de n suivant l'arrangement filamentaire des éprouvettes

Ponsot [24] poursuit ces investigations en s'intéressant à l'influence de la nature de la matrice sur le comportement acoustique de tubes bobinés. Ainsi, dans le cas où la résistance du tube est gouvernée par la tenue mécanique des fibres, il a pu montrer que la cinétique d'endommagement du composite est directement liée aux propriétés viscoélastiques de la matrice.

Les travaux menés par Mouhamath [23] sur des réservoirs sphériques en carbone/époxy ont confirmé les résultats de Laroche et Valentin dans la mesure où ils ont confirmé l'applicabilité de l'émission

acoustique comme moyen de suivre l'endommagement par rupture de fibres dans les réservoirs. Son investigation basée sur les résultats d'émissions acoustiques lui a permis de développer un modèle numérique de prévision de durée de vie des réservoirs. Cependant, les considérations macroscopiques de l'endommagement des réservoirs ne lui ont pas permis de relier directement les mécanismes fondamentaux responsables de l'accumulation de rupture de fibres à la rupture du réservoir.

2.3. Pourquoi l'émission acoustique n'est-elle pas reconnue comme le moyen incontournable pour quantifier l'endommagement des composites ?

Malgré les efforts de développement pour relier l'endommagement mécanique aux événements enregistrés, pour des sollicitations statiques ou quasi-statiques, de structures composites allant des éprouvettes unidirectionnelles à des structures industrielles bobinées, l'émission acoustique n'a pas su s'imposer comme moyen de contrôle à cause d'un certain nombre de questions fondamentales qui est resté en suspend, à savoir :

- quelle est la correspondance entre les salves émises et le nombre de ruptures de fibres ?
- quelle est la fraction d'évènements provenant de ruptures de fibres parmi ceux qui sont enregistrés avec le seuil choisi ?
- un évènement représente-t-il en général la rupture d'une seule fibre ou de plusieurs fibres contiguës ?

2.4. Comment répondre ?

Pour répondre à l'ensemble de ces questions, et comme Valentin [21] l'avait déjà souligné, nous devons modéliser avec précision les mécanismes de transfert de charge et l'état de contraintes au niveau des fibres rompues afin d'être en mesure :

- de reconstruire les courbes d'émission acoustique ;
- de valider le modèle empirique d'endommagement des composites, déduit par émission acoustique.

Tous les enjeux de cette étude, afin de proposer une méthode de requalification des réservoirs composites G.N.V. carbone/époxy, sont de se doter d'un modèle mécanique justifiant l'endommagement par rupture de fibres et ainsi de démontrer la relation directe entre événements et ruptures de fibres.

Le chapitre suivant présente, compte tenu de tous les éléments avancés jusqu'à présent, la démarche globale adoptée en vue d'approfondir notre compréhension des mécanismes à l'échelle des constituants et de soutenir le protocole de contrôle de requalification des réservoirs G.N.V. à l'aide de l'émission acoustique.

- [1] Muller T., Gaz de France. Rapport interne sur la Recherche d'une méthode de contrôle non destructif pour les réservoirs composites des bus GNV, 1998
- [2] NF A 09-350 07-84 Vocabulaire utilisé en émission acoustique, Association française de normalisation AFNOR.
- [3] Mehan R.L. & Mullin J.V., Analysis of composite failure mechanisms using acoustic emissions, Journal of Composite Materials, vol. 5, 1971, pp. 266-269.
- [4] Giordano M., Calabro A., Esposito C., D'Amore A., Nicolais L., An acoustic emission characterization of the failures modes in polymer-composite materials, Composites Science and Technology, vol. 58, 1998, pp. 1923-1928.
- [5] Kim S.-T. & Lee Y.-T., Characteristics of damage and fracture process of carbon fiber reinforced plastic under loading-unloading test by using AE method, Materials Science and Engineering, vol. A234-236, 1997, pp. 322-326.
- [6] Barre S. & Benzeggagh M.-L., On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre_reinforced polypropylene. Composites Sciences and Technology, vol. 52, 1994, pp. 369-376.
- [7] Dzenis Y.A. & Qian J., Analysis of microdamage evolution histories in composites, International journal of solids and structures, vol. 38, 2001, pp. 1831-1854.
- [8] Downs K.S. & Hamstad M.A., Acoustic emission from depressurisation to detect/evaluate significance of impact damage to graphite/epoxy pressure vessels, Journal of Composite Materials, vol.32, 1998, pp. 258-307.
- [9] Downs K.S. & Hamstad M.A., Wave propagation effects relative to AE source distinction of wideband AE signals from a composite pressure vessels, Journal of Acoustic Emission, vol 14, 1996, pp. S61-S73.
- [10] Anastassopoulos A.A. & Philippidis T.P., Clustering methodology for the evaluation of acoustic emission from composites. Journal of Acoustic Emission, vol.13, 1995, pp. 11-22.
- [11] Philippidis T.P., Nikolaidis V.N., Kolaxis J.G., Unsupervised pattern recognition techniques for the prediction of composite failure, Journal of Acoustic Emission, vol. 17, n°1/2, 1999, pp. 69-81.
- [12] Huguet S., Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère, Thèse de docteur, INSA, décembre 2002.
- [13] Fuwa M., Acoustic emission studies of fracture processes in carbon fibre composites, Thesis of the university of Sussex, September 1974.
- [14] Rosen B.W., Tensile failure of fibrous composites, AIAA Journal, vol. 2, 1964, pp. 1985-1991.
- [15] Zweben C., Tensile failure of fibers composites, AIAA Journal, vol. 6, 1968, pp. 2325-2331.
- [16] Fuwa M., Bunsell A.R., Harris B., Acoustic emission during cyclic loading of carbon-fibre reinforced plastics, Journal of Physics D- Applied Physics, vol. 8, 1975, pp. 1460-1471.
- [17] Fuwa M., Bunsell A.R., Harris B., Tensile failure mechanisms in carbon fibre reinforced plastics, Journal of Materials Science, vol. 10, 1975, pp. 2062-2070.
- [18] Fuwa M., Bunsell A.R., Harris B., An Evaluation of acoustic emission techniques applied to carbon-fibre composites, Journal of Physics D- Applied Physics, vol. 9, 1976, pp. 353-364.
- [19] Bunsell A.R., The monitoring of damage in carbon fibre composite structures by acoustic emission, in : Composite Structures 2, ed. I.H. Marshall, Applied science publ., 1983, pp. 3-20.
- [20] Laroche D., Accumulation d'endommagement dans le carbone époxyde détecté par émission acoustique, . Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1980.
- [21] Valentin D., Etude par émission acoustique de l'endommagement sous sollicitations mécaniques des composites carbone - résine, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1983.

- [22] Ponsot B., Influence de la matrice sur le comportement à long terme de composites carbone-époxyde, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1987.
- [23] Mouhamath B., Comportement à long terme de matériaux composites Application à la qualification d'un réservoir, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1992.
- [24] Laroche D. & Bunsell A.R., Stress and time dependent damage in carbon fibre reinforced plastics, in : Advances in Composite Materials, ed. A.R. Bunsell, 3rd Int. conf. on composites materials, Paris, vol. 2 1980, pp. 985-997.
- [25] Lifschitz J.M. & Rotem A., Time-dependent longitudinal strength of unidirectional fibrous composites, Fibre Science and Technology, vol. 3, 1970, pp. 1-20.

Chapitre 5 - Conclusion et démarche adoptée

Il s'avère donc que la technique de l'émission acoustique semble être un moyen adapté à la détection des endommagements par rupture de fibres et donc au contrôle des réservoirs G.N.V. en composite carbone/époxy. Ainsi, pour satisfaire aux exigences des exploitants (critères économiques et sécuritaires) et à ceux de la législation (critères sécuritaires et techniques), il était utile de rappeler les enjeux de l'étude pour Gaz de France (Chapitre 1) puis, de présenter brièvement (Chapitre 2) ce qu'est un matériau composite et les mécanismes d'endommagement mis en jeu suivant la nature de la sollicitation appliquée et de l'architecture du composite. Ainsi, il a pu être mis en évidence, compte tenu de la conception des réservoirs composites (Chapitre 3), que le mode d'endommagement principal en service est la rupture de fibres et que l'émission acoustique est l'outil adéquat pour la détecter. Dès lors, après un récapitulatif des termes techniques (Chapitre 4), les principaux résultats des applications de l'émission acoustique aux composites carbone/époxy ont été passés en revue afin de synthétiser sur les travaux réalisés. Cette synthèse a été réalisée en vue du développement de cette technique comme moyen de contrôle et de qualification de structures composites carbone/époxy dont l'endommagement est gouverné par la rupture de fibres. Ainsi, a été mis évidence le besoin de développer le modèle existant, proposé par Bunsell et al. [1, 2, 3, 4, 5], de manière expérimentale et la nécessité d'une investigation numérique, afin d'expliquer chacun des mécanismes contrôlant le comportement du composite carbone/époxy, dans le but de développer un protocole de contrôle des réservoirs sur site.

Pour cela, la démarche adoptée, se décompose en trois parties distinctes :

- une partie s'appuyant sur une campagne expérimentale et regroupant les essais de caractérisation et de validation sur le composite carbone/époxy que ce soit sous forme d'éprouvettes unidirectionnelles ou de réservoirs composites ;
- une partie modélisation qui concerne la mise en place de la démarche multiéchelle pour la reconstruction du comportement macroscopique du composite à partir de considérations microscopiques, qui ont fait auparavant l'objet d'une étude minutieuse par éléments finis ;
- une dernière partie sur la validation du modèle par l'application de la méthode de contrôle par émission acoustique aux réservoirs G.N.V. sur bus.

L'objectif de la première partie est de caractériser les mécanismes de dégradation d'un composite carbone/époxy unidirectionnel lors d'un essai mécanique de type fluage ou traction.

Ainsi, à partir d'échantillons de composite unidirectionnel (beaucoup moins onéreux que les réservoirs), nous procédons d'une part, à la caractérisation mécanique du matériau et de ses constituants et d'autre part, au suivi par émission acoustique de l'endommagement qui donne accès à la cinétique de dégradation du matériau par accumulation de ruptures de fibres. La compréhension de cette accumulation d'endommagement, lors de la première mise en charge (ou mise en pression pour les réservoirs) est mise en évidence par l'étude de la dispersion de la résistance à rupture des fibres. L'évolution de l'endommagement en fonction du temps est à mettre en corrélation avec l'accumulation de ruptures de fibres au cours d'essais de maintien à différents niveaux de sollicitation à la rupture du composite unidirectionnel. Des essais de fluage réalisés sur réservoirs, suivis par émission acoustique, ont pour objectif de confirmer la similitude avec le comportement du composite unidirectionnel.

Les caractéristiques du matériau ainsi que la cinétique d'accumulation de ruptures fibres étant définies, la seconde partie a pour objectif de justifier les mécanismes de transfert de charge à l'échelle des

constituants qui sont à l'origine de la multiplication des ruptures de fibres et ainsi de faire le lien entre événements et endommagements, en fonction de la nature de la sollicitation. Pour ce faire, nous avons fait le choix d'une étude par éléments finis et avons mis en place un véritable procédé multiéchelle pour reconstruire le comportement macroscopique du matériau. Dès lors, nous distinguons deux échelles de travail, une échelle dite microscopique qui distingue les fibres de la matrice au sein d'un Volume Élémentaire Représentatif (V.E.R.) et l'échelle dite macroscopique où le composite est vu comme un matériau homogène caractérisé par le comportement du V.E.R. correspondant à l'échelle du calcul. Pour renseigner l'échelle microscopique, nous avons procédé à une étude fine par éléments finis de l'influence du comportement de la matrice et de l'interface fibre rompue/matrice sur les mécanismes de transfert de charge pour différents états d'endommagement du matériau. Grâce au procédé multiéchelle mis en place, nous avons reconstruit le comportement à rupture du composite unidirectionnel soumis à une traction uniaxiale jusqu'à rupture ainsi que la courbe d'accumulation de ruptures de fibres correspondante et cela pour une matrice considérée soit élastique, soit viscoélastique et avec ou sans décohésion. En ce qui concerne le comportement en fluage, la dépendance au temps étant directement liée aux propriétés visqueuses de la matrice, nous avons ajusté les coefficients de la loi viscoélastique à partir des résultats d'émission acoustique. La confrontation directe du modèle aux résultats expérimentaux constitue notre étape de validation. A ce titre, nous verrons le lien direct entre les hypothèses sur les micromécanismes de transfert de charges et le comportement macroscopique du matériau ainsi que la manière dont on justifie le modèle de prédiction du comportement du composite. Les calculs par éléments finis ont été réalisés avec le code de calcul Zébulon. La loi d'endommagement utilisée a été implantée dans le code.

La dernière étape concerne l'application du modèle multiéchelle pour le calcul des réservoirs composite G.N.V. L'industrialisation de notre travail sera présentée, notamment en donnant la définition du protocole de qualification. A partir de l'identification des paramètres du modèle de prédiction d'accumulation de ruptures de fibres réalisée au chapitre 6, nous verrons comment mettre en place un contrôle simple pour quantifier la durée de vie résiduelle des réservoirs en service. Un exemple de contrôle d'un bus dans les conditions réelles d'exploitation sera présenté.

- [1] Laroche D., Accumulation d'endommagement dans le carbone époxyde détecté par émission acoustique, . Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1980.
- [2] Valentin D., Etude par émission acoustique de l'endommagement sous sollicitations mécaniques des composites carbone – résine, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1983.
- [3] Ponsot B., Influence de la matrice sur le comportement à long terme de composites carbone-époxyde, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1987.
- [4] Mouhamath B., Comportement à long terme de matériaux composites Application à la qualification d'un réservoir, Thèse de docteur-ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1992.
- [5] Bunsell A.R., The monitoring of damage in carbon fibre composite structures by acoustic emission, in : Composite Structures 2, ed. I.H. Marshall, Applied science publ., 1983, pp. 3-20.

Partie 2

Etude expérimentale

Chapitre 6 - Matériaux et procédures expérimentales

Ce chapitre décrit le matériau composite utilisé au cours de cette étude, ainsi que ses constituants élémentaires et la manière dont ils sont utilisés dans la conception des réservoirs. Egalement, il présente les moyens expérimentaux mis en œuvre et leur objectif.

1. Matériau composite

1.1. La fibre de carbone

La fibre de carbone, utilisée comme renfort pour reprendre les efforts est très appréciée pour son comportement élastique linéaire. Les fibres de carbone sont classées en deux groupes, selon leurs caractéristiques mécaniques qui découlent directement de leur mode d'élaboration :

- le groupe des fibres à hauts modules (fibres de carbone HM) ayant typiquement un module compris entre 300 à 600 GPa pour une résistance à la rupture comprise entre 3500 et 5000 MPa ;
- le groupe des fibres à hautes résistances ou ténacités (fibre de carbone HR ou HT) ayant typiquement une résistance comprise entre 3000 et 7500 MPa pour un module compris entre 200 et 300 GPa.

La fibre de carbone présente la particularité de ne pas posséder une unique valeur à rupture. En réalité, elle présente une grande dispersion et la résistance à rupture moyenne tend à diminuer avec la longueur de la fibre. Ce comportement résulte de la distribution de défauts le long de la fibre, ceci explique que plus la longueur de la fibre est importante et plus il y a de chance que la fibre contienne un défaut qui l'affaiblit. La rupture de la fibre est par conséquent contrôlée par la distribution aléatoire de défauts et son analyse nécessite un traitement statistique. L'effet d'une distribution aléatoire d'un seul type de défaut sur la résistance d'un solide a été décrit par Weibull [1] qui a comparé la rupture d'un solide à la rupture d'une chaîne dans lequel le maillon le plus faible est déterminant. L'expérimentation sur fibres unitaires est donc nécessaire pour connaître précisément la fonction de distribution de défauts.

La fibre de carbone utilisée ici est la fibre Torayca[®] T600S - 24000, appartenant au groupe des fibres à hautes résistances. Les propriétés physiques et les caractéristiques mécaniques moyennes (données fabricant) de ce type de fibre sont présentées dans le Tableau 6.1. La fibre a été fournie sous la forme d'une bobine constituée d'une mèche de 24000 filaments, d'une longueur d'environ 600 mètres (Figure 6.1).

Comme nous souhaitons justifier l'accumulation de ruptures de fibres dans le composite sous diverses sollicitations, il est indispensable de définir précisément la statistique de rupture de la fibre. Nous avons pour cela réalisé des essais de traction sur fibre unitaire. La méthode expérimentale d'analyse et les résultats seront présentés dans les parties respectives concernées.

Propriétés physiques	
Masse volumique (g/cm ³)	1.79
Diamètre des filaments (µm)	7
Masse linéique (g/1000m)	1700
Propriétés mécaniques	
Module en traction (GPa)	230
Résistance à la rupture (MPa)	4120
% d'allongement à la rupture	1.8

Tableau 6.1 - Propriétés de la fibre de carbone T600S (données fabricant)



Figure 6.1 - Bobine de fibres de carbone T600S

1.2. La matrice époxy

La matrice époxy joue le rôle de liant vis-à-vis des fibres, assure le transfert de charge d'une fibre à l'autre et d'un pli à l'autre du stratifié et protège les fibres. Elle confère au composite son comportement viscoélastique. Celui-ci, au sein du composite, est généralement peu visible macroscopiquement, mais fondamental à l'échelle microscopique car, et c'est un point crucial de notre travail que de le quantifier finement. Il est responsable du reports de charges différés des fibres rompues aux fibres voisines. Ainsi, l'identification du comportement viscoélastique de la matrice nécessite des essais de traction et de charge/décharge. Ces essais seront réalisés sur des échantillons massifs de taille manipulable.

De manière plus générale, la matrice époxy appartient à la classe des polymères thermodurcissables, fruit d'une réaction de polycondensation à chaud entre les monomères et un durcisseur pour former les ponts chimiques (réticulation) nécessaire à la formation d'un réseau tridimensionnel, non cristallin et infusible. A haute densité de réticulation, les matrices époxy ont un comportement viscoélastique fragile.

Le modèle viscoélastique linéaire choisi, qui correspond dans le cas unidimensionnel au modèle dit de Zener solide, est écrit sous la forme :

$$\dot{\sigma} + \gamma \sigma = C_0 \dot{\varepsilon} + \gamma C_\infty \varepsilon$$

où γ est appelé tenseur de relaxation, C_0 tenseur de rigidité initiale, C_∞ tenseur de rigidité à l'infini. Les tenseurs C_0 , C_∞ et γ qui ont des structures de tenseurs isotropes se construisent respectivement à partir d'un module E_0 et d'un coefficient ν_0 , d'un module E_∞ et d'un coefficient ν_∞ et d'un module $1/\tau$ et d'un coefficient ν_τ où τ correspond à un temps de relaxation.

Ci-dessous, la fiche technique de la résine R 368-1 fournie par le fabricant est donnée.

Propriétés physiques	
Masse volumique (g/cm ³)	1.20
Température de transition vitreuse (Tg en °C)	100
Temps de gel à 120°C	8min
Palier de cuisson à 120°C (sous 3 bar)	60min

Tableau 6.2 - Caractéristiques de la résine époxy R 368-1 (données fabricant)

1.3. Le composite carbone/époxy

Le composite carbone/époxy, pour les besoins de l'étude, se présente sous la forme de deux produits finis :

- les éprouvettes de composite carbone/époxy ;
- les réservoirs composites G.N.V. de type 3.

Pour l'étude des caractéristiques du matériau composite carbone/époxy, ne connaissant pas la référence produit de la matrice époxy utilisée pour la conception des réservoirs, notre choix s'est porté sur un préimprégné T600S/R 368-1 obtenu auprès de la société Structil[®].

1.3.1. Les éprouvettes de composite carbone/époxy

Le composite choisi a été élaboré à partir d'un préimprégné T600S/R368-1 réalisé par la société Structil[®] par imprégnation de la fibre de carbone de résine époxy.

Le comportement macroscopique du composite est, dans ses axes préférentiels (Figure 6.2) :

- viscoélastique dans l'axe des fibres. Cependant, compte tenu des caractéristiques relatives des fibres et de la matrice, et de la fraction volumique des fibres, aucune déformation viscoélastique appréciable n'est observable, même proche de la rupture. Aussi, on supposera que dans cette direction, le composite est élastique linéaire endommageable par rupture de fibres ;
- viscoplastique endommageable (fissuration intralaminare) dans les autres directions. Cependant, compte tenu des drapages et des sollicitations rencontrées au cours de l'étude, ce caractère ne sera jamais excité. Aussi, on supposera pour ces autres directions que le comportement est élastique linéaire.

Finalement, au regard des sollicitations rencontrées, on suppose que le comportement macroscopique du composite est élastique linéaire, isotrope transverse d'axe (\bar{e}_1) endommageable par rupture de fibres.

Ainsi, les tenseurs de rigidité et de souplesse $[C]$ et $[S]$ dépendent de 5 coefficients indépendants. On écrit souvent $[S]$ en faisant apparaître 2 modules d'Young (E_1, E_2), 2 coefficients de Poisson (ν_{12}, ν_{23}) et 1 coefficient de cisaillement (G_{12}). On l'écrit, en notation de Voigt, dans le repère du pli :

$$\{\sigma\} = [C]\{\varepsilon\} \Leftrightarrow \{\varepsilon\} = [S]\{\sigma\}$$

$$\text{avec } [S] = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_{23})}{E_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix}$$

Son identification nécessite l'élaboration de deux types de plaques stratifiées :

- une séquence (0°_5) qui permettra après découpe, d'obtenir des éprouvettes (0°_5) ;
- une séquence $(0^\circ, 90^\circ)_S$ qui permettra après découpe d'obtenir des éprouvettes $(+45^\circ, -45^\circ)_S$;

Pour la caractérisation de la cinétique d'endommagement par rupture de fibres à l'aide de l'émission acoustique, les éprouvettes (0°_5) seront utilisées.

La polymérisation de ces plaques stratifiées a été réalisée en autoclave par la société Structil[®] selon le cycle de polymérisation de la résine (Figure 6.3) sous pression à 3.5 bar. L'adjonction d'une pression lors du cycle de polymérisation a pour but d'éliminer l'excédent de résine. Ces conditions de polymérisation conduisent à une fraction volumique de fibres de 57% plus ou moins 2%.

La fraction volumique de fibre est obtenue à partir de l'analyse d'image de section de composite par la technique du seuillage des niveaux de gris et la réalisation conjointe de pyrolyses et de pesées d'échantillons.

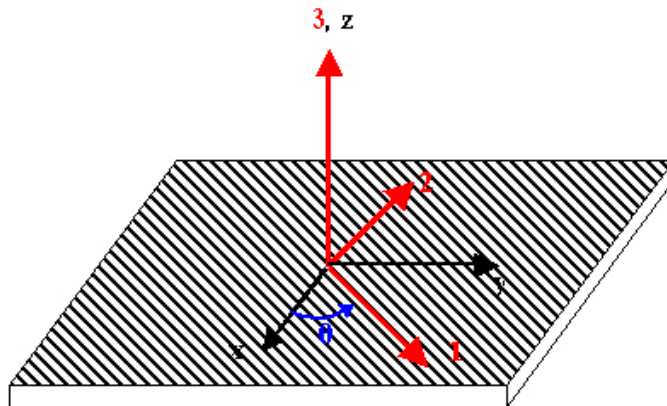


Figure 6.2 - Axes principaux d'un pli (1, 2, 3) et axes de référence (x, y, z) du stratifié

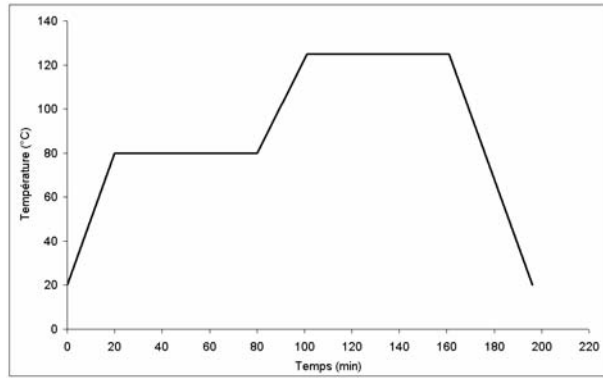


Figure 6.3 - Cycle de polymérisation de la résine R 368-1

1.3.2. Les réservoirs

Les réservoirs composites étudiés se limitent aux réservoirs de type 3 (liner en aluminium). Comme nous l'avons déjà indiqué précédemment (Chapitre 3), ils sont réalisés par enroulement filamentaire. Des observations microscopiques nous ont permis de caractériser la microstructure du composite.

Ainsi, les séquences de bobinage correspondent à un stratifié (90° , $+20^\circ$, -20° , 90° , -20° , $+20^\circ$, 90°). La répartition des fibres dans les différentes couches est inégale (Figure 6.4). Nous observons des zones de hautes densités en fibres et d'autres en résine. La fraction volumique de fibres, mesurée conjointement par pyrolyse et analyse d'images, est en moyenne de 54% ($\pm 5\%$).

Il est à noter que ces réservoirs sont dimensionnés pour une pression d'éclatement supérieure à 650 bar.

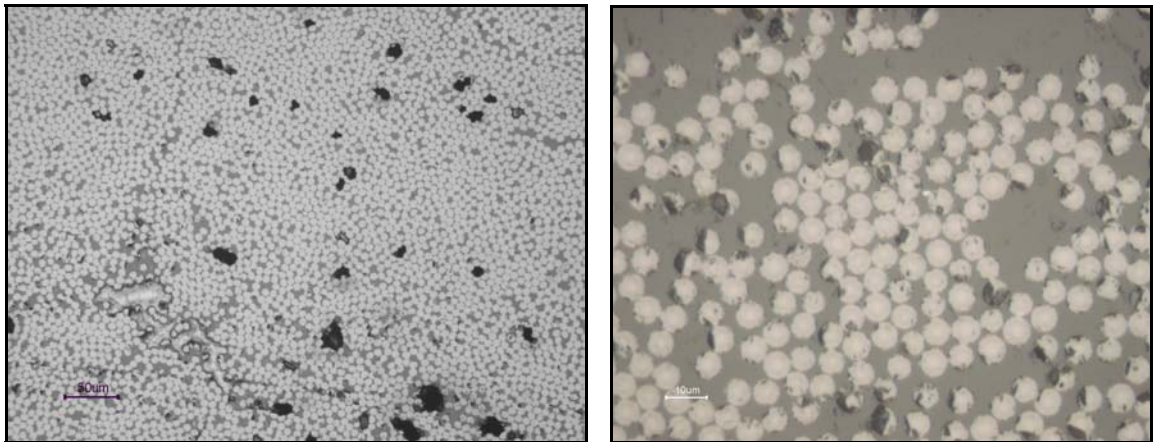


Figure 6.4 - Répartition des fibres

2. Détails des essais de caractérisation et des moyens expérimentaux

La connaissance du comportement d'un matériau passe par une phase d'apprentissage qui consiste à analyser sa réponse face à des sollicitations simples permettant d'identifier la forme de loi de comportement qui lui convient le mieux. Une fois le type de loi identifié, il s'agit d'en déterminer ses paramètres.

Pour la fibre, les caractéristiques à évaluer sont le module d'Young, la contrainte à rupture et la déformation à rupture et la fonction de distribution des défauts les plus critiques.

Pour la matrice, les caractéristiques à évaluer sont les tenseurs contenus dans la loi viscoélastique.

Pour le composite, les caractéristiques à évaluer se limitent au tenseur de rigidité, aux contraintes à rupture et à la détermination de la réponse acoustique du matériau soumis à diverses sollicitations.

Pour le réservoir, les caractéristiques à évaluer se résument à enregistrer la réponse acoustique du composite pour vérifier la correspondance avec le composite unidirectionnel et de déterminer sa pression de rupture.

2.1. Essais de traction sur fibre unitaire

Pour accéder à la statistique de rupture de la fibre de carbone ainsi qu'à ses caractéristiques mécaniques, il est nécessaire de réaliser des essais de traction sur fibre unitaire. Ces essais ont été réalisés sur une machine spécifique (Figure 6.5). Cette machine, ainsi que les boîtiers électroniques associés ont été développés au Centre des Matériaux, d'après la machine conçue par Bunsell et al. [2]. Elle a été conçue pour la réalisation d'essais de traction uniaxiale, de fluage et de relaxation mais aussi, grâce à l'adjonction d'un pot vibrant, d'essais de fatigue sur monofilaments sous très faible charge.

La machine est constituée d'un mors fixe (sur lequel peut être fixé le pot vibrant) et d'un chariot mobile sur lequel est fixé le mors mobile. Le déplacement du chariot est assuré par une vis-mère asservie par un moteur dont la vitesse peut être adaptée selon le type d'essai. Son déplacement est suivi par un capteur LVDT (Linear Voltage Displacement Transducer) de précision 50 μm . Pour la mesure de la charge appliquée, une cellule de charge Sensotec de 250 g étalonnée de 0 à 100 g avec une précision de 0.01 g a été utilisée. Le système électronique de la machine pilote l'asservissement. L'acquisition et le stockage des données sont assurés par un ordinateur relié au système d'asservissement et équipé d'une carte National Instrument avec le logiciel ATS de la société SYSMA.

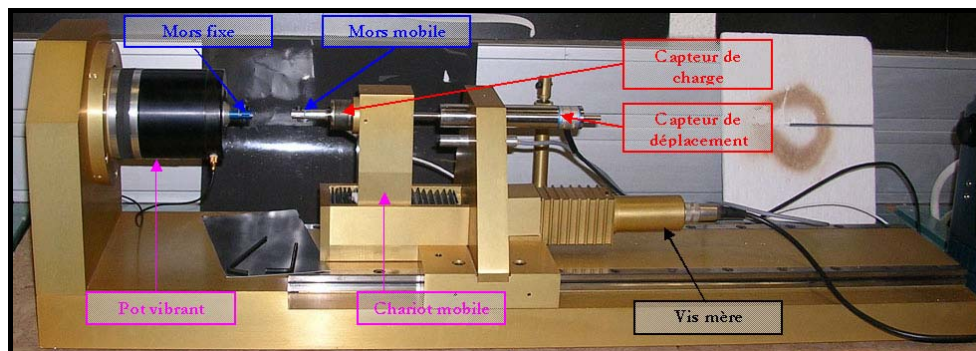


Figure 6.5 - Dispositif de traction sur fibre unitaire

Les éprouvettes de traction sont constituées d'un monofilament de différentes longueurs (longueurs de jauge), fixé entre deux papiers bristol enduits à chaque extrémité de résine époxy. Le bristol sert d'amarrage à la fibre sur les mors de la machine de traction (Figure 6.6) (norme ASTM D3379-33 des essais sur monofilaments à haut module). Les monofilaments sont extraits de la mèche, prélevée sur la bobine de conditionnement.

Pour chaque essai de traction, nous avons mesuré le diamètre des fibres avec une précision de $\pm 0.1 \mu\text{m}$ à l'aide d'une nappe laser Mitutoyo LSM-6000. La détermination du diamètre est basée sur l'estimation de l'ombre créée par la fibre lorsqu'elle rencontre la nappe laser (faisceau lumineux fin et cylindrique non divergent). L'appareil est préalablement étalonné à l'aide d'une fibre étalon dont le diamètre a été évalué au microscope électronique à balayage. Pour chaque fibre testée mécaniquement, trois mesures de diamètre ont été faites le long de la longueur de jauge et la moyenne a été utilisée pour calculer la section transversale de la fibre.

L'ensemble des essais est réalisé à température et humidité relative contrôlées (21°C (+/-1°C) et 50% H.R. +/-5%).

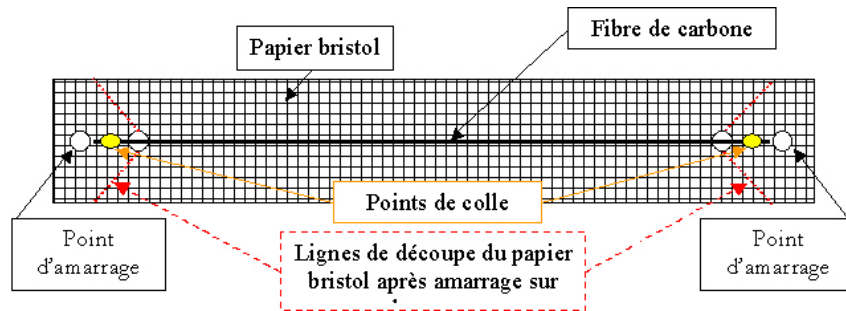


Figure 6.6 - Eprouvette de traction pour la caractérisation d'un monofilament

2.2. Essais de traction sur résine époxy et composite carbone/époxy

La machine utilisée pour réaliser les essais de traction sur des échantillons de taille manipulable est une machine Instron®. Cette machine, pilotée en contrôle de charge, est équipée de cellules de charge de 500, 5000 ou 10000 daN suivant la charge à rupture de l'éprouvette sollicitée, et est utilisée pour :

- des essais de traction uniaxiale sur éprouvettes de carbone/époxy à 0° et 90° et sur stratifiées (+45°, -45°)_s (Figure 6.7a). Pour mesurer les déformations, les éprouvettes sont équipées d'un capteur de déplacement longitudinal (sens de la sollicitation) et d'un capteur de déplacement transverse (sens perpendiculaire à la sollicitation) (Figure 6.7b) ;

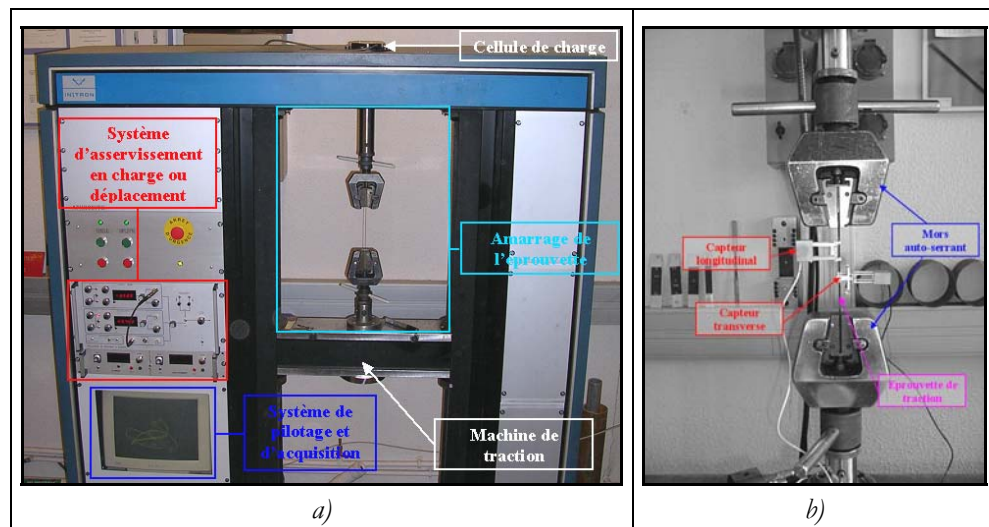


Figure 6.7 - Dispositif expérimental : a) machine de traction Instron
b) amarrage de l'éprouvette et disposition des capteurs de déplacement

- des essais de traction, de charge/décharge et de fluage sur des éprouvettes de résine époxy (Figure 6.8), équipées de capteurs de déplacement longitudinal et transverse ;
- d'essais de traction et de fluage sur des éprouvettes de carbone/époxy à 0° (Figure 6.9) équipées de deux capteurs piézoélectriques pour l'enregistrement et le suivi de l'accumulation de rupture de fibres en fonction du temps et de la charge appliquée.

Les essais de traction, de charge/décharge et de fluage sur la résine époxy ont nécessité la réalisation d'éprouvettes en forme d'haltère, conformément à la norme NF EN ISO 527-2. Ces éprouvettes ont été moulées et usinées à l'atelier pour obtenir les côtes définitives (Figure 6.8). Pour réduire au maximum le nombre de défauts dans ces éprouvettes, nous avons appliqué le mode opératoire suivant :

- plusieurs dégazages successifs ont été effectués à 60°C ;
- pendant le cycle de polymérisation de la résine (Figure 6.3), aucune pression n'a été appliquée.

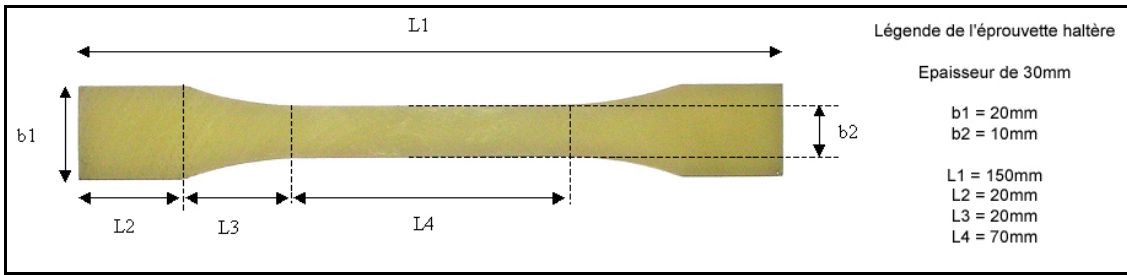


Figure 6.8 - Géométrie et cotes des éprouvettes massives d'époxy

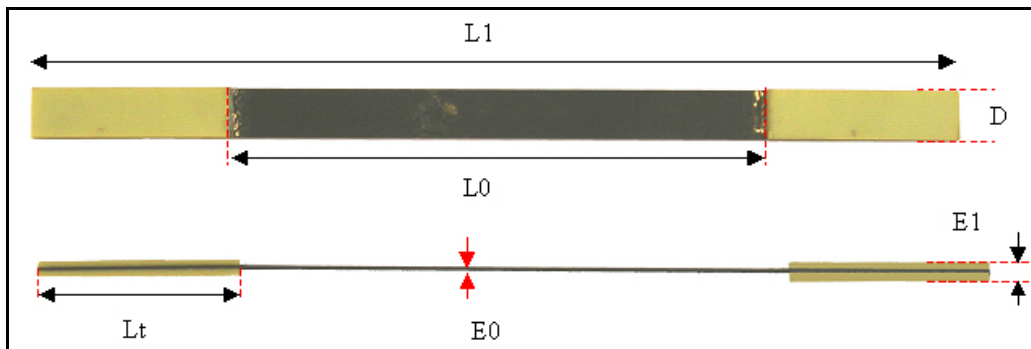


Figure 6.9 - Géométrie des éprouvettes

Longueur de référence	Eprouvettes à 0° (mm)	Eprouvettes à +/- 45° (mm)
L_T	60	50
L_0	150 +/- 1	150 +/- 1
L_1	270	250
D	15 +/- 0.5	25 +/- 0.5
e_1	0.85 +/- 0.02	1.02 +/- 0.02
t_1	2 +/- 0.1	2 +/- 0.1

Tableau 6.3 - Cotes des éprouvettes

Pour l'ensemble des essais sur composite carbone/époxy, des éprouvettes rectangulaires sont découpées dans les plaques stratifiées dans différentes directions par rapport aux fibres (Figure 6.10) de façon à caractériser le comportement anisotrope de la couche dans son plan, en respectant la géométrie préconisée par la norme T57-301 pour les essais de traction (Figure 6.9 et Tableau 6.2). Pour éviter tout endommagement dans les mors, des talons en verre-résine ou en dural sont collés avec une colle époxy (araldite). Pour faciliter le collage, les surfaces des talons ont subi un sablage.

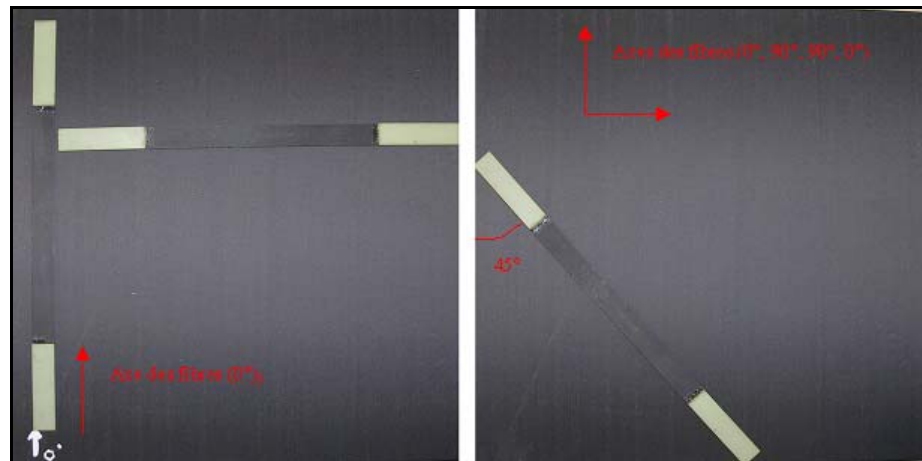


Figure 6.10 - Découpe des éprouvettes dans les plaques composite carbone/époxy

2.3. Exploitation des essais de traction

A partir des résultats des essais de traction (charges à rupture F_R et allongement à rupture Δl) et de la mesure de la section initiale S_0 des éprouvettes, les caractéristiques mécaniques moyennes du matériau peuvent être déterminées :

- la contrainte à rupture σ_R . Cette grandeur est une contrainte qui se calcule en divisant la charge à rupture F_R par la section initiale S_0 de l'éprouvette dans sa partie utile : $\sigma_R = \frac{F_R}{S_0}$;
- la déformation à rupture ε_R , qui est faible (<5%), s'obtient en divisant l'allongement total Δl par la longueur de jauge l_0 : $\varepsilon_R = \frac{\Delta l}{l_0}$;
- les coefficients de tenseur de rigidité.

2.4. Essais de pressurisation interne

Un système de pressurisation hydraulique (développé par Top industrie[®]) a été utilisé pour tester les réservoirs (Figure 6.11). Il comprend une pompe hydraulique produisant une pression maximale de 100 MPa asservie par un Eurotherm[®]. Les essais sur les réservoirs utilisés sont :

- un essai de pressurisation interne par palier d'une heure à 50 bar jusqu'à éclatement, pour lequel l'enregistrement de l'activité acoustique est réalisé. Pour des conditions de sécurité, cet essai a été réalisé dans une enceinte fermée en acier ;
- des essais de fluage court (de quelques heures à plusieurs jours) pour différents niveaux de pression, suivis par émission acoustique pour l'établissement de la cinétique d'accumulation d'évènements en fonction du temps et de la pression interne ;
- des essais de fluage long (plusieurs mois) à 200 bar, contrôlés tous les trois mois par l'enregistrement de l'accumulation d'évènements au cours d'un palier de 24 heures à la pression de 200 bar après un retour à pression nulle ;
- des essais de sollicitations cycliques, réalisés à la direction de la recherche de Gaz de France entre 15 et 200 bar au rythme de 1 cycle/20 s pour mesurer l'effet du remplissage sur la

cinétique d'accumulation d'endommagement. Les mesures sont faites après 100, 1000, 5000, 10000 et 20000 cycles, au cours d'un palier à 200 bar pendant 24 heures. Le chiffre 20000 correspond au nombre maximum de cycles subis par un réservoir sur un bus, au rythme de 3 remplissages par jour pendant ses 20 années réglementaires d'utilisation.



Figure 6.11 - Dispositif de mise en pression des réservoirs

2.5. L'acquisition des événements par Emission Acoustique

2.5.1. Matériels et procédures expérimentales

L'acquisition des événements par Emission Acoustique (EA) est effectuée à l'aide du système MISTRAS (Figure 6.12) à deux voies (Euro Physical Acoustic®, E.P.A.) qui permet la localisation des sources d'émission acoustique. La chaîne de mesure inclut deux pré-amplificateurs de 40 dB situés entre les deux capteurs piézoélectriques R15 (ayant une fréquence de résonance de 69 kHz et une plage d'utilisation entre 50 et 200 kHz) et les deux cartes d'acquisition numérique (cartes 2 voies bus PCI d'EPA). Le logiciel MISTRAS 2001, commercialisé avec le matériel d'émission, permet l'acquisition et le traitement des signaux d'émission acoustique. Il est installé dans un environnement Compatible IBM PC.

Pour l'acquisition de l'activité acoustique du composite carbone/époxy (éprouvettes et réservoirs), les deux capteurs piézoélectriques sont fixés à la surface du composite, le couplage entre la surface du composite et la céramique du capteur étant assuré par un gel ou une colle silicone. Le maintien des capteurs est assuré comme suit :

- pour les réservoirs, par deux sangles élastiques identiques ;
- pour les éprouvettes, par deux pinces crocodiles identiques ;

et ceci afin de garantir un couplage uniforme par l'application d'une pression constante sur le capteur et ainsi obtenir un film de gel similaire, d'un essai à l'autre, entre la surface du capteur et la peau du composite. La qualité du couplage est sanctionnée par un test de pulse qui consiste à faire émettre les deux capteurs l'un après l'autre. Ce test fournit le niveau de couplage par comparaison de l'amplitude et du temps de parcours des ondes émises et reçues pour chacun des capteurs. Si les résultats obtenus pour les deux capteurs sont identiques (± 1 dB et ± 10 ms) avec une amplitude supérieure à 64 dB pour l'onde reçue alors nous considérons que le couplage des capteurs est satisfaisant.

Les paramètres enregistrés lors des essais sont : le temps de montée (μs), le nombre de coups (nombre de pics dépassant le seuil fixé à 40 dB), la durée (μs), l'énergie (exprimée en attoJoule (aJ)), l'amplitude (dB par rapport à un niveau de base de 0.1 mV en sortie de pré-amplificateurs), la fréquence moyenne (kHz), le nombre de coups pendant la montée et le nombre d'évènements. Parmi l'ensemble des paramètres à notre disposition, nous considérons, pour notre analyse, uniquement l'amplitude et le nombre d'évènements, dans la mesure où seul le mécanisme de rupture de fibres est censé être présent pour les composites étudiés.

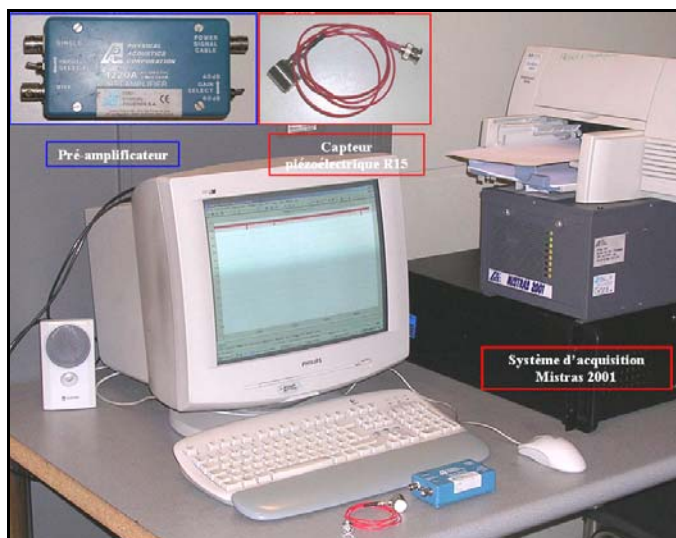


Figure 6.12 - Système d'acquisition d'Emission Acoustique Mistras 2001

2.5.2. Etalonnage de la chaîne d'émission acoustique

i. sélection de la salve

La technique de l'émission acoustique nécessite de fixer certains paramètres pour permettre un travail de comparaison. Il faut s'assurer d'une part, que les émissions sont enregistrées dans les meilleures conditions et d'autre part, que ces émissions correspondent bien à un endommagement du matériau et ne sont pas le fruit de parasites machine ou autres.

Tout d'abord, pour qu'une onde vibratoire soit reconnue comme étant un évènement, elle doit remplir différents critères de sélection. Les paramètres systèmes, permettant de sélectionner les caractéristiques d'un évènement, sont appelées dans notre logiciel, les fenêtres temporelles glissantes. Elles sont au nombre de trois :

- PDT (Peak Definition Time) : cette fenêtre temporelle sert à la mesure du temps de montée et de l'amplitude maximum. Elle est activée dès le dépassement du seuil de détection fixé (40 dB) et permet d'éviter de prendre en compte des mesures faites sur des propagations rapides de faibles amplitudes, non représentatives d'un évènement ;
- HDT (Hit Definition Time) : cette fenêtre est utilisée pour individualiser et séparer les échos des salves. Elle permet une bonne identification de l'évènement. Elle est déclenchée par tout dépassement de seuil du signal et re-déclenchée par tout autre dépassement survenant avant son terme ;
- HLT (Hit Lockout Time) : cette fenêtre détermine la durée d'inhibition de l'acquisition afin de ne pas détecter d'éventuels échos. Elle est déclenchée lorsque la condition imposée par la fenêtre HDT est remplie.

Le réglage de ces fenêtres temporelles a été fixé par un technicien de la société E.P.A. à l'aide de sources d'EA simulées par des ruptures de mines de crayons à la surface du réservoir [3]. Cette technique a été développée par Hsu-Nielsen [3] pour créer une source étalon artificielle d'ondes élastiques simulant l'émission acoustique. Elle utilise la rupture d'une mine fragile maintenue par un embout approprié (Figure 6.13) et est recommandée par le groupe européen d'émission acoustique. Les valeurs de ces fenêtres (Tableau 6.3) régissent la manière dont seront calculés les paramètres des salves et dépendent des propriétés des matériaux.

De plus, pour s'assurer que les émissions enregistrées proviennent du matériau et non du milieu environnant, un seuil d'acquisition fixé à 40 dB a été imposé pour l'ensemble des essais.

Enfin, il est nécessaire de définir la position des capteurs et les conditions expérimentales adéquates pour obtenir exclusivement la réponse acoustique du matériau à une sollicitation donnée.

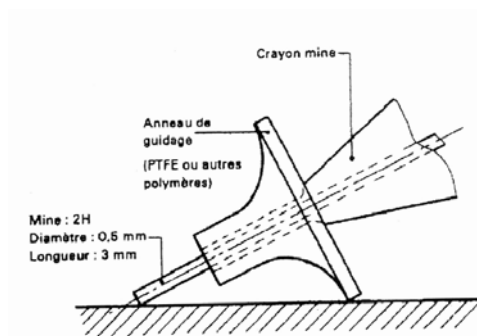


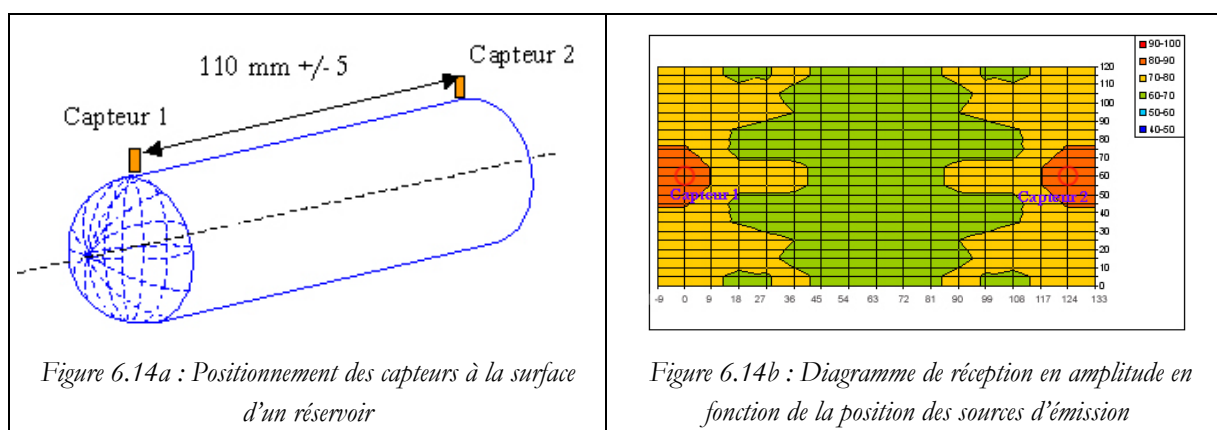
Figure 6.13 - Dispositif expérimental développé par Hsu-Nielsen[3] pour la génération de source étalon artificiel d'ondes vibratoires élastiques

PDT (μs)	50
HDT (μs)	200
HLT (μs)	2000

Tableau 6.4 - Paramètres d'acquisition du système Mistras

ii. Positionnement des capteurs

Dans le cas des réservoirs composites, la position des capteurs et les conditions d'acquisition ont été définies dans une pré-étude [4, 5]. Il s'agit de positionner les capteurs sur une même génératrice du réservoir (Figure 6.14a) à une distance comprise entre 105 et 115 mm et de limiter l'acquisition des événements en fixant une distance limite de provenance d'un signal acoustique. Elle correspond à la distance du point source le plus éloigné des capteurs. La détermination de cette distance est possible par la connaissance de la vitesse de propagation des ondes dans l'enveloppe composite. Pour cette configuration, des essais de rupture de mines ont révélé l'existence d'une atténuation des ondes avec l'éloignement de la source par rapport à la position des capteurs. Cependant, le diagramme d'amplitude (Figure 6.13b) révèle que le niveau de réception demeure supérieur à 60 dB ce qui garantit l'enregistrement de l'ensemble des ruptures de fibres.



Pour les éprouvettes, afin de contrôler la provenance des sources d'émission acoustique, nous avons choisi de ne considérer que les émissions naissant dans une zone délimitée physiquement par les deux capteurs. Pour ce faire, nous avons utilisé la technique de localisation de notre chaîne d'émission acoustique. En effet, au lieu d'enregistrer l'ensemble des ondes acoustiques se propageant dans notre matériau, nous avons sélectionné la zone située entre les deux capteurs. Cette sélection se base sur la vitesse de propagation des ondes dans le matériau et la position des deux capteurs. Ainsi lorsqu'un mécanisme entraîne la création d'une onde, la différence de temps pour chacun des deux capteurs à détecter l'onde, permet de définir précisément la position de la source. Cette technique garantit le suivi de la cinétique d'endommagement du matériau sur une zone précise et offre la garantie d'une comparaison plus rigoureuse pour une même famille d'éprouvettes.

Les deux capteurs sont positionnés sur une même face à une distance pouvant être de 20, 50 ou 100 mm.

iii. Vitesse des ondes et atténuation

La vitesse de propagation des ondes a été évaluée, à l'aide de sources simulées par rupture de mines (Figure 6.13), pour différentes largeurs d'éprouvette, afin de s'assurer qu'il n'y a pas une influence de la géométrie de l'éprouvette sur la propagation des ondes. Les ruptures de mines nous ont permis de définir une vitesse moyenne de propagation des ondes de 8950 m.s⁻¹ (Tableau 6.4). D'autre part, l'atténuation des ondes par rapport à la distance des sources a été quantifiée et s'avère négligeable (perte de 1 à 2 dB sur la longueur utile).

Largeur de l'éprouvette (mm)	Vitesse de propagation (m.s ⁻¹)	Moyenne des vitesses (m.s ⁻¹)
10	9107	8949
15	8701	
20	8969	
25	9017	

Tableau 6.5 - Vitesses des ondes de propagation pour différentes sections d'éprouvettes unidirectionnelles

Le chapitre suivant présente les résultats de l'application directe de ces dispositifs et procédures expérimentales qui viennent d'être décrits.

- [1] Weibull W., A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, vol. 9, 1951, pp. 293-296.
- [2] Bunsell A.R., Hearle J.W.S., Hunter R.D., An apparatus for fatigue-testing of fibres, Journal of Physics E – Scientific Instruments, vol. 4, 1971, pp. 868-872.
- [3] Nielsen L.E., Mechanical properties of polymers and composites, M. Dekker, 1974
- [4] Favry Y. & Bunsell A.R., Etude préliminaire du contrôle des réservoirs GNV par émission acoustique, Rapport interne n° 1, 1998.
- [5] Meziere Y., Blassiau S., Bunsell A.R. et Favry Y., Détermination d'un modèle de prédiction de la durée de vie par émission acoustique de réservoirs GNV composite, Rapport interne, 2002.

Chapitre 7 - Résultats expérimentaux

En plus de l'obtention proprement dite des coefficients présents dans les lois de comportement, ce chapitre a pour objectif de justifier les hypothèses décrivant les mécanismes d'endommagement par rupture de fibres qui régissent le comportement macroscopique des composites unidirectionnels et donc des réservoirs.

1. Les caractéristiques de la fibre de carbone T600S

La première étape a été de déterminer les caractéristiques mécaniques moyennes de la fibre à partir des essais de traction sur fibre unitaire de différentes longueurs de jauge. Pour ce faire, nous rappelons qu'avant chaque essai de traction, trois mesures de diamètres sur la longueur de jauge de la fibre ont été systématiquement réalisées de manière à pouvoir tracer les diagrammes de contraintes/déformations et d'en déduire la contrainte de rupture (la contraction du diamètre de la fibre en cours de traction étant négligée). L'obtention de ces caractéristiques a nécessité au préalable la détermination de la complaisance de la machine, estimée à 0.0021 mm/g.

Le module d'Young de la fibre (Figure 7.1) est obtenu par la mesure de la pente à l'origine de la courbe de contraintes/déformations, noté E_0 . A ce titre, nous avons pu constater un raidissement de la fibre en court de déformation qui peut être caractérisé par deux segments linéaires de pente voisine, le module d'élasticité noté E_0 de la fibre étant la moyenne des ces deux pentes. La confrontation des résultats expérimentaux aux données constructeurs (Tableau 7.1) montre une bonne correspondance en ce qui concerne l'estimation du module d'Young longitudinal de la fibre, par contre pour les autres caractéristiques mécaniques moyennes de la fibre, un écart non négligeable est constaté. Cet écart peut être justifié par le mode opératoire utilisé pour accéder à ces valeurs, dans la mesure où les résultats sont issus d'essais sur mèche qui sont sources d'approximations sur la géométrie réelle des échantillons testés.

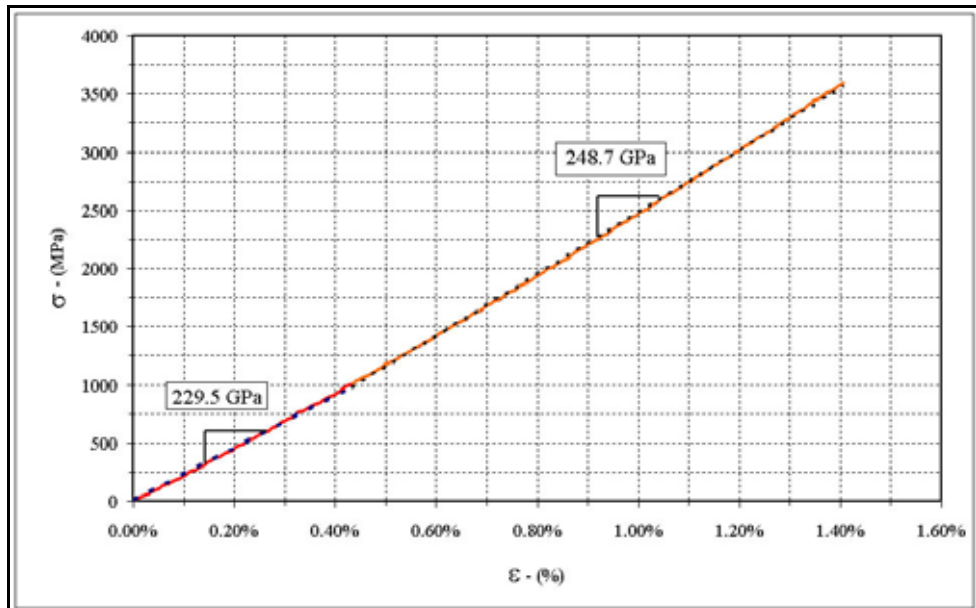


Figure 7.1 - Courbe de traction d'une fibre unitaire T600S

T600S	σ_R (MPa)	ϵ_R	E_0 (GPa)	densité	D_0 (μm)
données constructeurs	4100	1.9	230	1.79	7.0
valeurs expérimentales	3400	1.44	236.8	X	6.85

Tableau 7.1 - Caractéristiques mécaniques expérimentales et valeurs constructeurs

La rupture de ces fibres est contrôlée par la distribution des défauts à la surface ou dans le volume liée au procédé d'élaboration et présente un caractère aléatoire. Le moyen mis en œuvre pour déterminer la distribution des défauts est d'utiliser les séries d'essais de traction sur fibre unitaire pour différentes longueurs de jauge. La sollicitation est appliquée progressivement jusqu'à l'atteinte de la rupture, induite par le défaut le plus faible de la fibre. D'après l'ensemble des études réalisées sur ce type de matériau, il s'avère que la statistique de Weibull [1], qui s'intègre dans la théorie du maillon le plus faible (Annexe 1), rend bien compte de la distribution de ce type de défauts.

La loi statistique de Weibull rends compte de l'effet de changement d'échelle. Dans son domaine de validité, la réalisation de série d'essais limités doit permettre d'identifier la fonction de distribution de rupture de la fibre en fonction de la contrainte appliquée pour différentes longueurs de jauge et d'obtenir les paramètres de la fonction de Weibull (1.1).

$$P_R = 1 - e^{-V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m} \quad \text{Equation Section 1 (1.1)}$$

où m est le paramètre de forme, appelé module de Weibull, σ_0 le facteur d'échelle et V le volume de l'échantillon.

L'identification des paramètres de la fonction de Weibull nécessite pour chacune des longueurs de jauge (25, 50, 100 et 250 mm) de tester une série de 30 échantillons pour garantir un échantillonnage représentatif de l'ensemble des défauts critiques de la fibre menant à sa rupture [2].

Pour l'identification des paramètres de la fonction de Weibull, nous avons eu recours à une astuce mathématique développée au Centre Des Matériaux [3] permettant un ajustement du couple de paramètres sur l'ensemble des essais, indépendamment de la longueur de jauge. Or conformément à toute loi statistique, l'augmentation du nombre d'essais (échantillonnage d'une population) permet de réduire l'incertitude sur les paramètres. Le principe du calcul est de rendre la variation de volume muette en l'intégrant dans l'estimation de la contrainte de rupture. Donc, à partir de l'équation (1.1), nous faisons intervenir une contrainte effective σ_e pour obtenir la relation suivante :

$$P_R = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_e}{\sigma_0} \right)^m} \quad \text{avec} \quad \sigma_e = \sigma \times V^{1/m} \quad (1.2)$$

L'obtention des deux paramètres (σ_0 , m) est obtenue à l'aide d'un programme itératif développé sous MATHCAD.

Par cette méthode, nous avons identifié le couple de paramètres (Figure 7.2). La valeur de σ_0 est calculée à partir d'une longueur de référence L_0 (taille du maillon), que nous avons fixé égale à 25 mm et correspondant à la plus petite longueur de jauge testée.

Les courbes obtenues pour chacune des longueurs de jauge s'avèrent être correctement lissées par le couple de paramètres identifiés (Figure 7.3). Cette bonne corrélation confirme que les défauts mis en jeu pour les différentes longueurs de jauge appartiennent à une même famille : celle des défauts les plus

critiques. Il existe bien évidemment d'autres défauts moins critiques qui peuvent être caractérisés par un essai de type multifragmentation mais dans le cas de notre étude, la répartition des défauts les plus sévères est suffisante pour valider notre modèle d'endommagement.

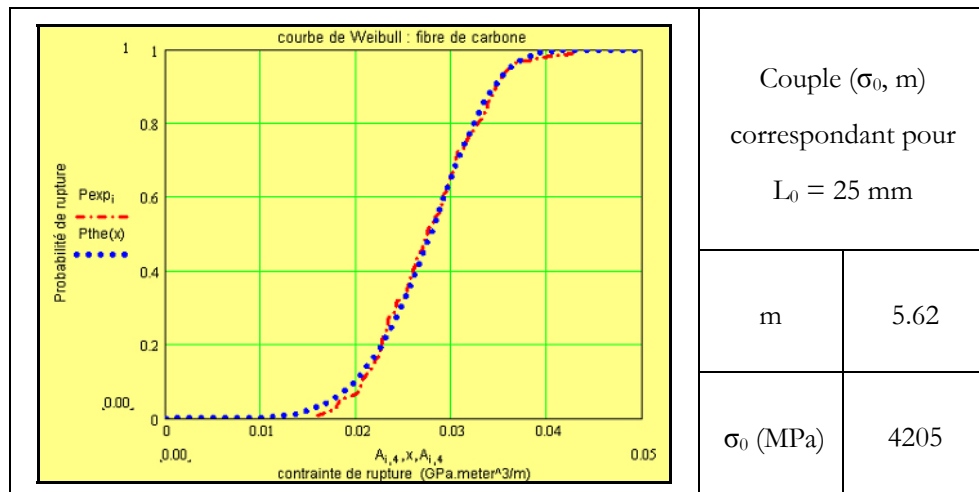


Figure 7.2 - Optimisation des paramètres du modèle de Weibull sur l'ensemble des essais de traction indépendamment de la longueur de jauge

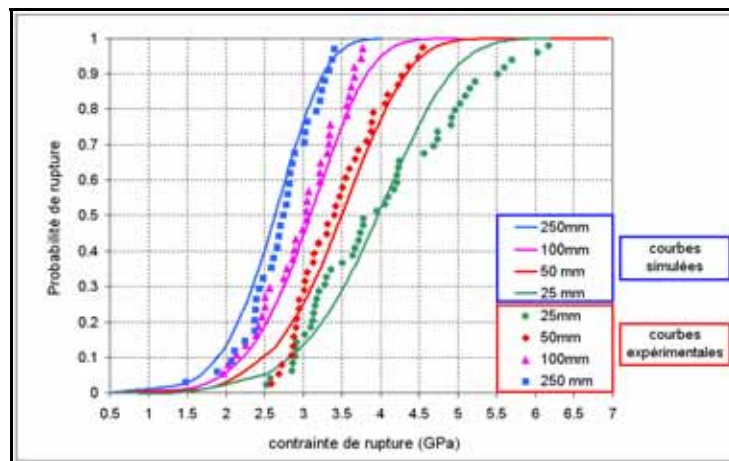


Figure 7.3 - Validation des paramètres de la fonction de Weibull

2. Les caractéristiques de la matrice époxy

La caractérisation du comportement élastique et viscoélastique de la résine époxy massive a été effectuée à température ambiante (25°C). Différents essais de traction ont été nécessaires pour définir les caractéristiques du matériau :

- l'essai de traction pour définir les composantes élastiques et le comportement à rupture de la matrice ;
- les essais de sollicitations cycliques et de fluage pour identifier les composantes tensorielles de la loi de comportement viscoélastique.

Les mises en charge des éprouvettes ont été effectuées à une même vitesse, fixée à 1 MPa.s⁻¹.

2.1. Les propriétés élastiques de la résine époxy

Les essais de traction ont confirmé le comportement fragile de la résine époxy (rupture soudaine de l'éprouvette avec un faciès lisse, résultat caractéristique d'une propagation rapide de la fissure initiée sur un défaut en bord d'éprouvette). Une dispersion non négligeable est observée sur les déformations et contraintes à rupture (Tableau 7.2). L'écart est cependant nettement plus conséquent au niveau de la déformation : ce phénomène est probablement lié à l'adoucissement du matériau par l'apparition de déformations inélastiques et à la présence de défauts plus ou moins critiques sur les bords de l'éprouvette.

Ainsi, les mesures des propriétés élastiques ont été effectuées sur la partie linéaire de la courbe contraintes/déformations par interpolation linéaire entre 0 et 1 % de déformation (Figure 7.4). Les moyennes des résultats établissent le module d'Young et le coefficient de Poisson moyens de la résine époxy :

- $E_0 = 3050 \pm 30$ MPa ;
- $\nu = 0.35 \pm 0.02$.

Eprouvettes	σ_r - (MPa)	ε_r - (%)	E_0 - (MPa)
Traction 1	89.10	7.24	3031.0
Traction 2	85.94	5.03	3027.0
Traction 3	80.87	4.20	3094.0
Traction 4	81.23	4.34	3060.9
Traction 5	79.48	4.36	3038.0
Moyenne	83.32	5.03	3050.2
Ecart type	4.04	1.27	27.8

Tableau 7.2 - Propriétés à rupture de l'époxy R368-1

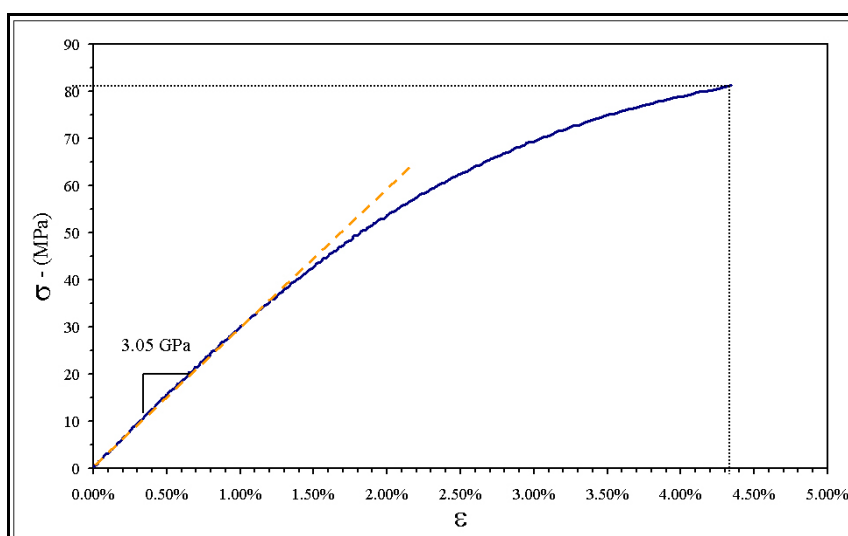


Figure 7.4 - Courbe de traction sur éprouvette de résine époxy

2.2. Les propriétés viscoélastiques de la résine époxy

Les essais de charge/décharge réalisés sur les éprouvettes de résine époxy ont consisté à imposer une succession de cycles par incrément de 5 MPa jusqu'à rupture. Un temps de maintien à contrainte nulle entre chaque cycle, proportionnel à la contrainte maximale imposée au cycle précédent, est imposé de façon à permettre au matériau de retrouver son état de référence. Il est réduit dès l'instant où la déformation est inférieure à un seuil fixé à 0.05 %. Cet essai a pour but de vérifier que la déformation inélastique cumulée au cours de chaque cycle n'est pas permanente. Nous constatons avec l'augmentation de la contrainte maximale imposée, la formation d'une boucle d'hystérésis de plus en plus ouverte (Figure 7.5). De retour à charge nulle, il ne persiste aucune déformation appréciable et la durée nécessaire pour que la résine recouvre son état de référence est quasi nulle. Le comportement de la matrice époxy est donc bien de nature viscoélastique.

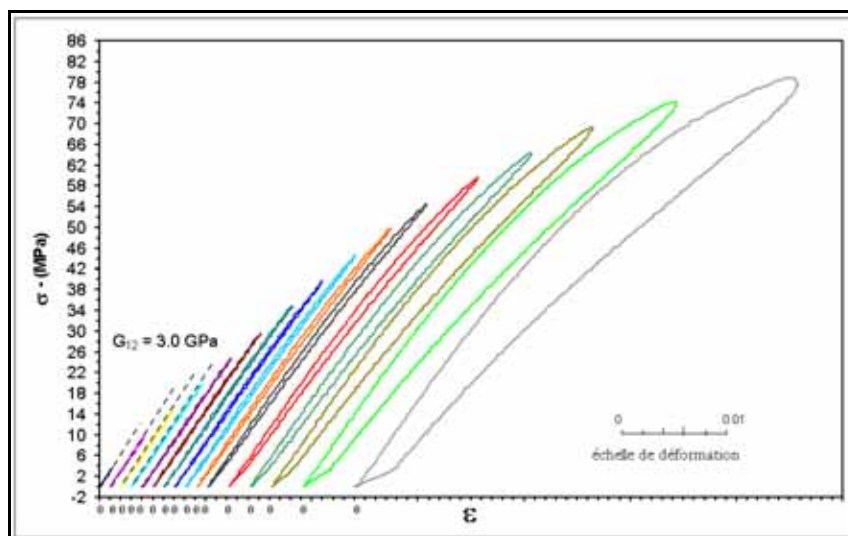


Figure 7.5 - Chargements répétés progressifs d'une éprouvette massive de résine époxy

Pour identifier ce comportement, des essais de fluage à différents niveaux de la contrainte de rupture moyenne ont été réalisés. A partir de ces essais, nous avons tracé l'évolution de la déformation visqueuse en fonction de la contrainte de fluage en soustrayant la déformation élastique à la déformation totale (Figure 7.6).

La comparaison de la déformation visqueuse cumulée à différents pourcentages de contrainte, pour trois temps de fluage, donnés révèle un comportement viscoélastique non linéaire (Figure 7.7). Cependant, nous constatons également que la courbe d'interpolation linéaire des premiers points passant par l'origine pour un temps de fluage de 1 heure se révèle acceptable tout au moins jusqu'à un niveau de contrainte de 45 MPa (50% de la contrainte de rupture). En dessous de ce seuil, le comportement de la matrice peut être considéré comme viscoélastique linéaire.

Or, sous chargement uniaxial du composite unidirectionnel, l'état de contrainte auquel est soumise la matrice n'atteint pas le seuil de non-linéarité ($\epsilon_{\max} \leq 1.8\%$) et seules les contraintes de cisaillement au voisinage d'une fibre rompue dans le plan de rupture pourraient dépasser ce seuil. Des études [4, 5, 6] menées sur des microcomposites suivis par spectroscopie Raman ont montré que les contraintes de cisaillement autour d'une fibre rompue sont inférieures à 50 MPa. Par conséquent, pour la suite de notre étude, nous supposons que la matrice époxy est viscoélastique linéaire et est décrite par le modèle qui correspond dans le cas unidimensionnel au modèle dit de Zener solide :

$$\dot{\sigma} + \gamma \sigma = C_0 \dot{\varepsilon} + \gamma C_\infty \varepsilon$$

où γ est appelé le tenseur de relaxation, C_0 le tenseur de rigidité initiale, C_∞ le tenseur de rigidité à l'infini. Les tenseurs C_0 , C_∞ et γ qui ont des structures de tenseurs isotropes se construisent respectivement à partir d'un module E_0 et d'un coefficient ν_0 , d'un module E_∞ et d'un coefficient ν_∞ et d'un module $1/\tau$ et d'un coefficient ν_τ où τ correspond à un temps de relaxation.

A partir des essais de fluage, nous avons identifié les 3 coefficients de la loi par méthode d'optimisation classique d'interpolation. Lors de cette confrontation, nous avons constaté que nous n'étions pas en mesure pas de lisser correctement les courbes expérimentales avec un seul temps de relaxation. Par contre, nous pouvons définir un jeu de coefficients qui lisse au temps court et un qui lisse au temps long. Nous entendons par temps court, un temps de fluage inférieur à 10000 secondes et un temps long, qui prend approximativement effet, à cette même limite. Ainsi, le modèle permet de décrire de manière satisfaisante le fluage de la matrice pour des chargements inférieurs à 50 MPa (Figure 7.8), limite de la linéarité du comportement. Les coefficients correspondant à cette identification sont fournis au Tableau 7.3.

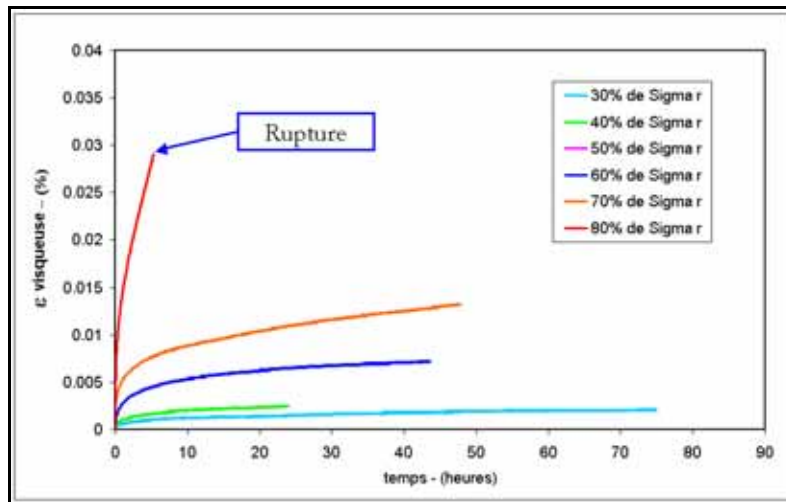


Figure 7.6 - Courbe de fluage à différents niveaux de la contrainte de rupture d'une éprouvette massive de résine époxy

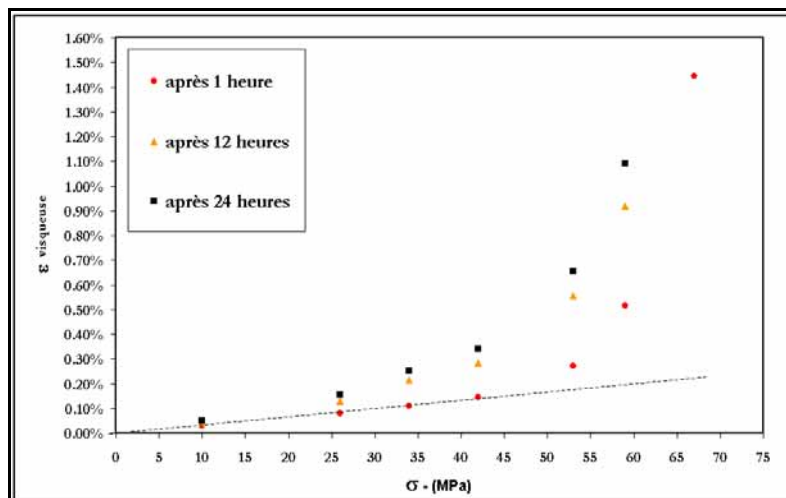


Figure 7.7 - Evolution de la déformation visqueuse en fonction de la contrainte

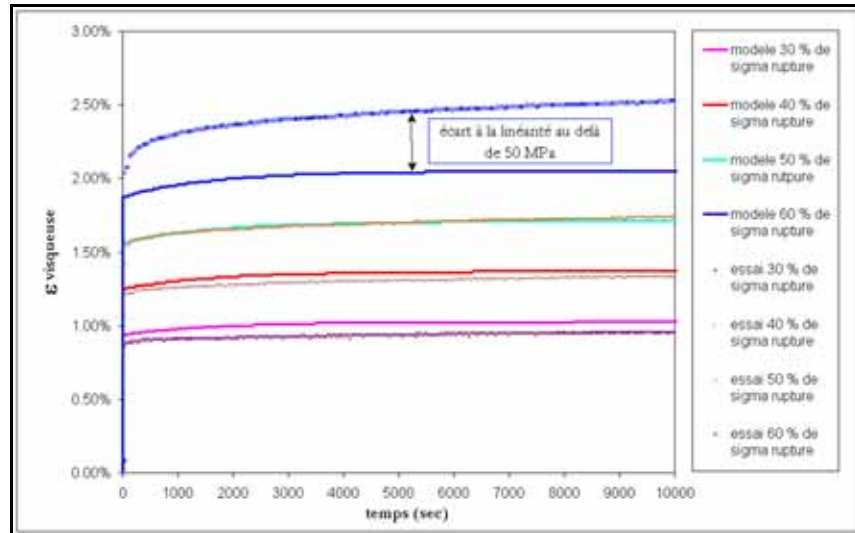


Figure 7.8 - Interpolation linéaire des courbes de fluage à différents niveaux de contraintes par le modèle viscoélastique linéaire

Identification pour les temps courts (0s < temps < 10000s)	$E_0 = 3.2 \text{ GPa}$	$E_\infty = 2.95 \text{ GPa}$	$\tau = 1500 \text{ s}$
	$\nu_0 = 0.40$	$\nu_\infty = 0.40$	$\nu_\tau = -0.65$
Identification pour les temps long (10000s < temps < 200000s)	$E_0 = 2.85 \text{ GPa}$	$E_\infty = 2.39 \text{ GPa}$	$\tau = 165000 \text{ s}$
	$\nu_0 = 0.40$	$\nu_\infty = 0.40$	$\nu_\tau = -0.65$

Tableau 7.3 - Récapitulatif des coefficients de la loi viscoélastique

3. Les caractéristiques du composite carbone/époxy

3.1. Exploitation des résultats

Pour déterminer les coefficients du tenseur de rigidité du pli unidirectionnel carbone/époxy supposé élastique linéaire isotrope transverse, nous faisons l'hypothèse des contraintes planes. Les axes de référence de l'éprouvette (Figure 7.9) sont les axes (x, y, z). Les capteurs de déformations longitudinales (dans le sens de la sollicitation) et de déformations transverses (dans le sens transverse à la sollicitation) mesurent respectivement les déformations ϵ_{xx} et ϵ_{yy} du matériau. ϵ_{xy} représente la déformation en cisaillement dans le repère de l'éprouvette. Pour obtenir la relation contraintes/déformations dans le repère local du matériau, on écrit les formules de changement de base matricielle.

Pour le tenseur des déformations, en utilisant les notations de Voigt, on a :

$$\begin{pmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c^2 & s^2 & cs \\ s^2 & c^2 & -cs \\ -2cs & 2cs & c^2 - s^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{xy} \end{pmatrix}$$

Pour une sollicitation uniaxiale appliquée dans le repère (x, y) suivant l'axe x sous la forme d'une densité surfacique d'effort uniforme de module égal à F, on montre que l'état de contrainte est uniaxial : $\sigma_{xx} = F$. Ainsi, on a pour le tenseur des contraintes :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c^2 & s^2 & cs \\ s^2 & c^2 & -2cs \\ -cs & cs & c^2 - s^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix}$$

Par conséquent, pour une éprouvette (0°_s), on obtient :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 = \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_2 = \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_6 = 0 \end{pmatrix} \text{ et } \begin{pmatrix} \sigma_1 = \sigma_{xx} \\ \sigma_2 = 0 \\ \sigma_6 = 0 \end{pmatrix}$$

Pour une éprouvette (90°_s), on obtient :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 = \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_2 = \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_6 = 0 \end{pmatrix} \text{ et } \begin{pmatrix} \sigma_1 = 0 \\ \sigma_2 = \sigma_{xx} \\ \sigma_6 = 0 \end{pmatrix}$$

Pour une symétrie orthotrope comme celle de la séquence $(+45^\circ, -45^\circ)_s$, le comportement en cisaillement est découplé du comportement en traction. Par conséquent, pour une éprouvette $(+45^\circ, -45^\circ)_s$, on obtient :

$$\varepsilon_6 = (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) \text{ et } \sigma_6 = -\frac{\sigma_{xx}}{2}$$

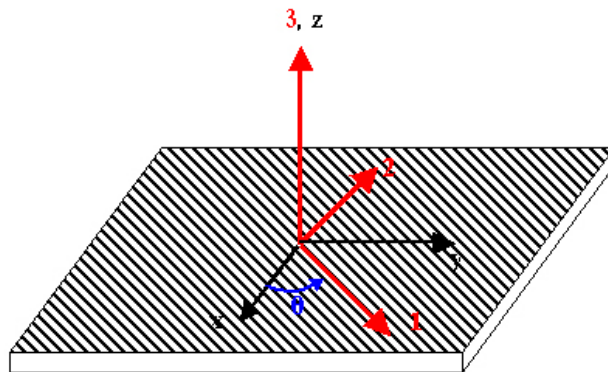


Figure 7.9 - Axes principaux d'un pli (1, 2, 3) et axes de référence (x, y, z) du stratifié

3.2. Essais de traction

3.2.1. Traction sur la séquence (0°_s)

Au regard de la courbe de traction de la séquence (0°_s) (Figure 7.10), nous pouvons remarquer que la vitesse de traction n'a aucune influence sur la réponse du matériau et les essais de charge/décharge montrent un comportement totalement réversible indépendant du temps, caractéristique d'un comportement élastique. La quasi-linéarité visible par un changement de pente sur les courbes de traction est due aux propriétés intrinsèques des fibres de carbone montrant une augmentation de la rigidité en cours de déformation. Pour le calcul du module d'Young E_1 , nous avons considéré une pente moyenne sur la totalité de l'essai plutôt que de réaliser une moyenne pondérée sur les deux pentes où la différence est inférieure à 1.5 % pour une incertitude de 3 %. Les valeurs de E_1 , ν_{12} et des contraintes et déformation à rupture suivant l'axe 1 sont résumés Tableau 7.4.

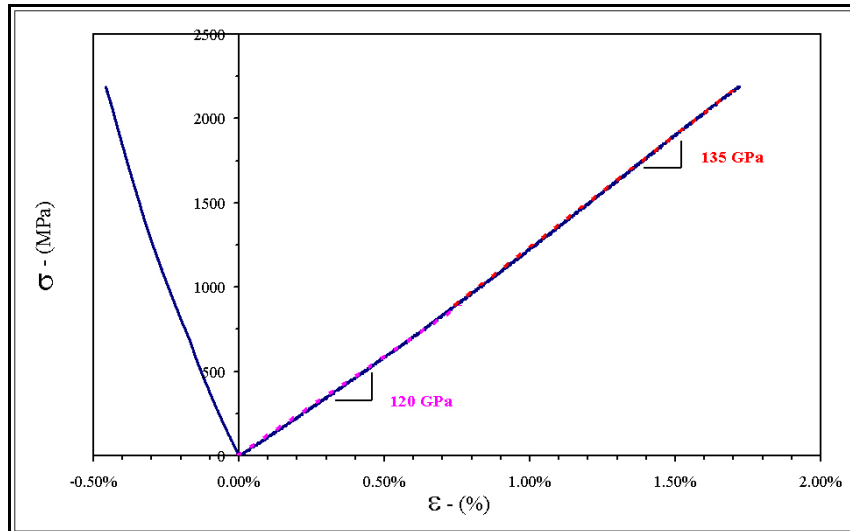


Figure 7.10 - Courbe de traction de la séquence (0°_5)

Coefficients	Valeur moyenne	Ecart type
E_1	130.7 GPa	5.6 GPa
ν_{12}	0.303	0.028
σ_{1R}	2134.77 MPa	93.26 MPa
ϵ_{1R}	0.017	0.0014

Tableau 7.4 - Récapitulatif des résultats de traction sur la séquence (0°_5)

3.2.2. Traction sur la séquence (90°_5)

Au regard de la courbe de traction de la séquence (90°_5), (Figure 7.11), comme pour la séquence (0°_5), nous ne constatons aucune influence de la vitesse et le matériau montre un comportement totalement réversible indépendant du temps, caractéristique d'un comportement élastique quasi linéaire. Le Tableau 7.5 regroupe l'ensemble des paramètres élastiques et des valeurs à rupture déterminés à partir des essais de traction sur la séquence (90°_5).

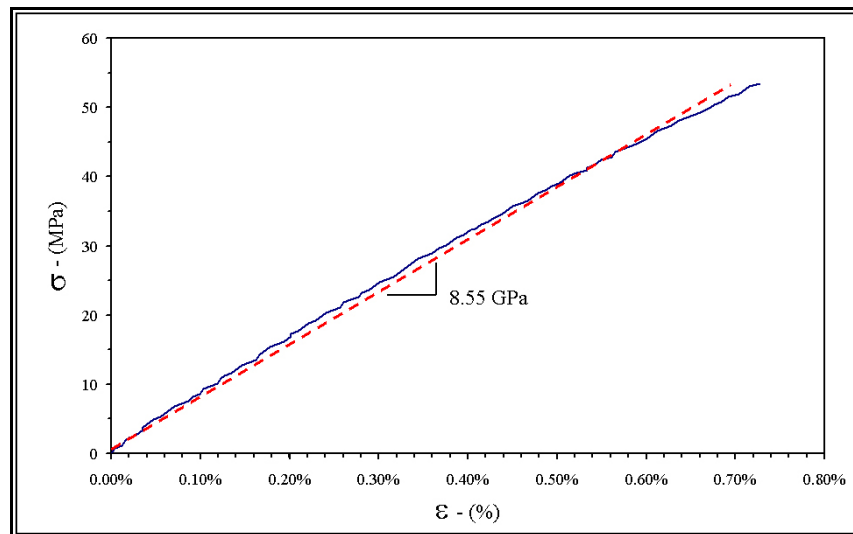


Figure 7.11 - Courbe de traction de la séquence (90°_5)

Coefficients	Valeur moyenne	Ecart type
E_2	8.55 GPa	0.24 GPa
$\nu_{21} = \frac{E_2}{E_1} \nu_{12}$	0.02	0.001
σ_{2R}	53.6 MPa	4.2 MPa
ε_{2R}	0.0072	0.0005

Tableau 7.5 - Récapitulatif des résultats de traction sur la séquence $(90^\circ)_s$

3.2.3. Traction sur la séquence $(+45^\circ, -45^\circ)_s$

Des essais de traction de charge-décharge ont été réalisés sur la séquence $(+45^\circ, -45^\circ)_s$. Ce type d'essai (Figure 7.12) a consisté à imposer une succession de cycles par incrément de 5 MPa jusqu'à 60 MPa avec un temps de maintien à contrainte nulle entre chaque cycle, proportionnel à la contrainte maximale de cisaillement imposée au cycle précédent, de façon à permettre au matériau de retrouver son état de référence. Nous constatons avec l'augmentation de la contrainte maximale imposée, la formation d'une boucle d'hystérésis de plus en plus ouverte. De retour à charge nulle, nous constatons une diminution progressive de la déformation résiduelle. L'étude de Petitpas [7] a montré que, pour une contrainte de cisaillement supérieure à 60 MPa dans le repère local du pli unidirectionnel, il persiste une déformation résiduelle imputable dans un premier temps à une plastification de la matrice puis, pour un niveau de contrainte proche de l'état de rupture, à un endommagement des interfaces fibre/matrice.

Par ailleurs, nous constatons une augmentation du module de cisaillement apparent avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation (Tableau 7.6). Ces essais ont permis de vérifier que le composite unidirectionnel sollicité en cisaillement est bien gouverné par le comportement viscoélastique de la matrice, tout au moins avant l'apparition d'une dégradation de l'interface fibre/matrice. Toutefois, dans les applications que nous traiterons, les sollicitations seront telles que le composite à 0° est essentiellement sollicité suivant l'axe des fibres. Nous ne déterminerons donc que les caractéristiques élastiques du comportement en cisaillement. Ainsi, le module de cisaillement élastique du composite a été calculé pour une vitesse de sollicitation de $1 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$.

Vitesse de chargement	$0.1 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$	$1 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$	$10 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$
G_{12} (GPa)	$6.7 \pm 0.24 \text{ GPa}$	$7.6 \pm 0.11 \text{ GPa}$	$8.5 \pm 0.15 \text{ GPa}$

Résultats des essais de charge-décharge sur $(+45^\circ, -45^\circ)_s$

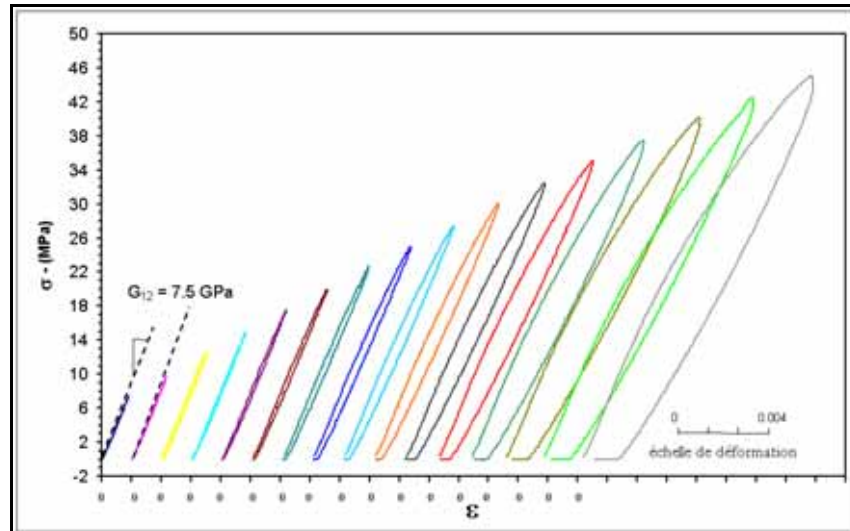


Figure 7.12 - Chargements répétés progressifs d'une éprouvette (+45°, -45°)_s

3.2.4. Conclusion sur les essais de traction sur le composite carbone/époxy

Les essais précédents ont permis d'établir le comportement du pli unidirectionnel T600S/R381-1. Ainsi, le composite est considéré élastique linéaire en traction. Le tenseur de souplesses et de rigidités du comportement élastique linéaire isotrope transverse du T600S/R381-1 est donné par :

$$[R] = \begin{pmatrix} 132300 & 2.676 & 2.676 & 0 & 0 & 0 \\ 2.676 & 8.698 & 2.252 & 0 & 0 & 0 \\ 2.676 & 2.252 & 8.698 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4.191 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 7.6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 7.6 \end{pmatrix} \text{ (MPa)}$$

4. Le réservoir composite G.N.V. de type 3

Pour les réservoirs en composite, un seul essai d'éclatement a été réalisé. Cet essai a permis de vérifier la validité des caractéristiques techniques du réservoir fournies par le constructeur. Par exemple, la pression d'éclatement donnée à 650 bar, a atteint 676 bar dans le cas de notre essai.

5. Caractérisation des mécanismes d'endommagement par émission acoustique

L'objectif est de dégager de ces essais les arguments qui seront utiles pour justifier les hypothèses sur les mécanismes à l'origine de l'accumulation de ruptures de fibres. Ensuite, il s'agit de vérifier que la réponse acoustique des réservoirs composites soumis à des sollicitations équivalentes à celles appliquées aux éprouvettes unidirectionnelles est comparable, au sens où les résultats d'essai confirment la dégradation du matériau composite par accumulation de ruptures de fibres.

5.1. Composite carbone époxy unidirectionnel

Inspiré par les travaux de D. Laroche [8], nous nous sommes intéressés à la réponse acoustique des éprouvettes de carbone/époxy (0°_5). Les résultats sont présentés en fonction de la nature de la sollicitation : tractions monotones, fluage ou sollicitations cycliques. Pour l'analyse des résultats, l'endommagement du matériau est suivi, non pas par le comptage du nombre de coups (nombre de fois où l'amplitude du signal dépasse, par valeur positive, le seuil de référence choisi (fixé ici à 40 dB)) mais plutôt par le comptage du nombre d'événements (succession de salves occasionnées par un micro déplacement au sein du matériau). Ce choix a été guidé par l'idée de relier l'activité acoustique à l'endommagement par la rupture de fibres où dans le cas idéal, un événement est assimilé à une rupture de fibre.

5.1.1. Traction sur la séquence (0°_5)

Les essais de traction jusqu'à rupture sur la séquence (0°_5) suivis par émission acoustique pour trois zones de localisation (100, 50 et 20 mm) pour une section d'éprouvette de 5 cm², constitueront la base expérimentale de comparaison dans le chapitre de validation du modèle numérique d'accumulation de ruptures de fibres. L'objectif est de voir s'il existe une certaine reproductibilité dans le cas d'essais similaires et de relier l'activité acoustique à l'endommagement du matériau afin d'en déduire le processus.

Ainsi, indépendamment de la zone de localisation et de la taille d'éprouvette, le nombre cumulé d'événements au cours du chargement jusqu'à la rupture évolue, en moyenne, de façon exponentielle jusqu'à l'atteinte de la rupture de l'éprouvette. L'activité acoustique n'est pas immédiate avec l'augmentation de charge mais débute à un seuil situé aux environs de 260 MPa (Figure 7.13). Le tableau récapitulatif des essais (Tableau 7.7) montre que pour une même position des capteurs, il existe une certaine dispersion quant au nombre cumulé d'événements à rupture. Ce nombre ne semble pas lié à la contrainte de rupture du matériau. De plus, même s'il est vrai qu'en moyenne, une légère baisse du nombre cumulé d'événements est observée avec la diminution de la zone active d'enregistrement de l'activité acoustique du matériau, le nombre d'événements cumulés pour certains essais s'avère équivalent, voire supérieur, à celui obtenu pour des zones d'écoute plus grandes (Tableau 7.7). Par contre, la réduction de la distance entre les deux capteurs entraîne un adoucissement dans l'évolution exponentielle de l'accumulation d'événements pour un niveau de chargement plus ou moins proche de la rupture. Ce changement de pente est synonyme d'une réduction du taux d'activité. Cette réduction de l'activité acoustique s'explique vraisemblablement par le développement d'une zone d'activité plus intense en dehors de la zone comprise entre les deux capteurs que celle effectivement enregistrée dans cette zone.

De l'analyse des courbes d'accumulation d'événements, il ressort que l'endommagement du matériau :

- dépend de la charge appliquée ;
- débute toujours à un même niveau de contrainte ;
- présente une grande dispersion en terme du nombre cumulé d'événements ;
- semble être diffus dans l'ensemble du matériau jusqu'à un certain niveau de chargement avant de devenir local (existence d'une zone où l'on constate une intensification de l'activité) proche de la contrainte de rupture du composite.

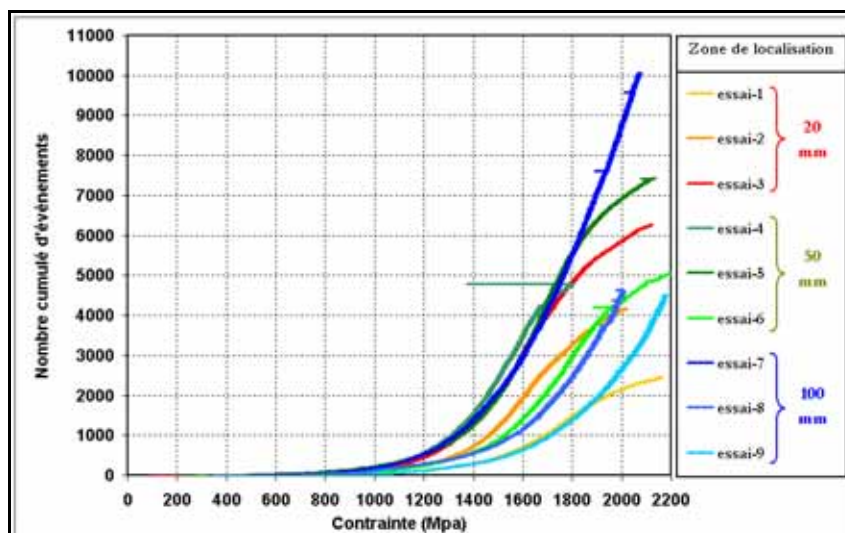


Figure 7.13 - Evolution de l'émission acoustique d'un unidirectionnel sous traction uniaxiale pour une zone d'écoute de 20, 50 et 100 mm

Distance entre les 2 capteurs (mm)	Numéro de l'essai	Contrainte de rupture (MPa)	Nombre d'événements à rupture	Niveau de contrainte à la première émission
100	1	2079.4	10061	325.810
	2	2014.2	4642	456.8
	3	2184.2	4504	345.78
50	4	2196.5	5054	278.6
	5	1807.7	4797	301.66
	6	2135.4	7426	215.6
20	7	2163.7	2450	349.22
	8	2026.5	4168	261.1
	9	2123.6	6270	92.1

Tableau 7.6 - Récapitulatifs des essais de traction suivis par émission acoustique

De nombreuses études [9, 10, 11] se sont intéressées aux mécanismes d'endommagement de composite unidirectionnel soumis à une traction uniaxiale jusqu'à rupture. L'ensemble de ces études s'accorde à dire que le processus d'endommagement, conduisant à la rupture d'un tel composite, dépend de la statistique de rupture de la fibre. Le processus se déroule en trois étapes distinctes :

- initiation de l'endommagement par ruptures isolées des fibres les plus faibles (Figure 7.14). En terme d'émission acoustique, cela explique l'existence d'un seuil de contraintes en dessous duquel il n'y a pas d'émission ;
- accumulation de ruptures aléatoires dans le composite auquel s'ajoute la croissance de l'endommagement autour des ruptures isolées, par rupture des premières fibres voisines sous l'effet du report de charge (Figure 7.14 – [A, C]). Avec l'augmentation de la contrainte axiale dans les fibres, la probabilité de rompre de nouvelles fibres est de plus en plus importante (Figure 7.2). En terme d'émission acoustique, cela correspond à l'évolution exponentielle de l'accumulation d'événements avec l'augmentation de la charge ;

- rupture finale par instabilité du processus (Figure 7.14 – [A, B, C]). Certains chercheurs [9, 10, 11] s'accordent à dire, suite à l'accumulation de ruptures de fibres préférentiellement autour des fibres déjà rompues (désigné sous le terme de clusters de fibres rompues (Figure 7.14 – [B]), que la croissance indépendante de ces clusters soit par coalescence, soit par l'atteinte d'une taille critique entraîne la rupture du composite. En terme d'émission acoustique, cela rejoint l'observation de l'adoucissement de l'activité par croissance d'un cluster critique en dehors de la zone d'écoute.

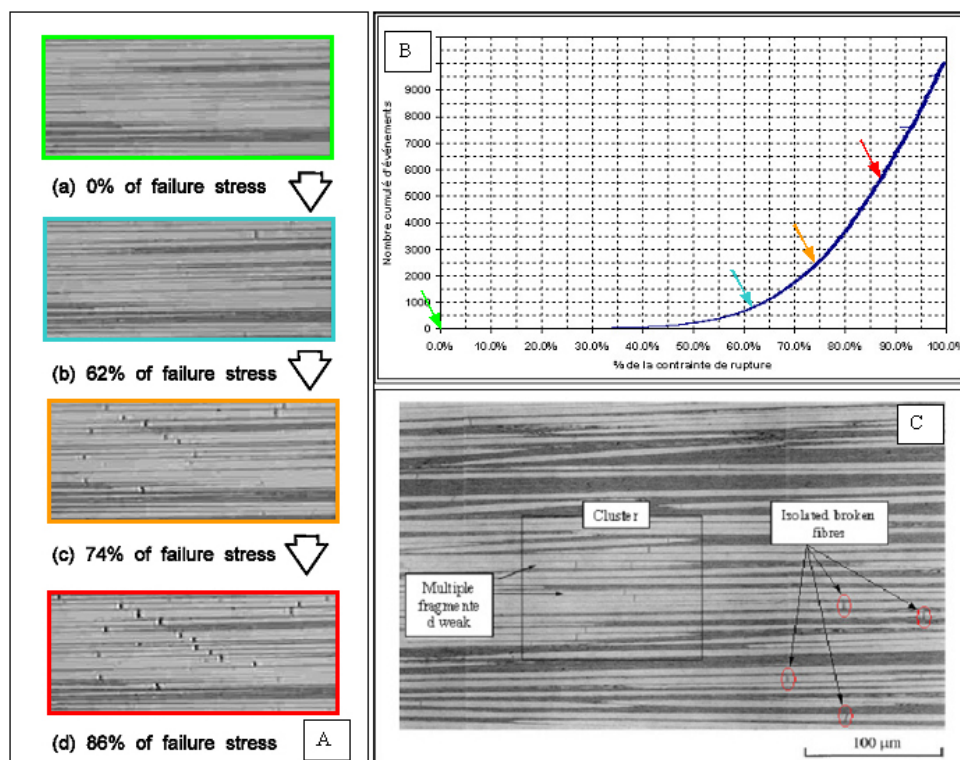


Figure 7.14 - Illustration de l'endommagement par rupture de fibres de la séquence (0°) :
[A] – micrographies de sections polies à différents niveaux de la contrainte de rupture [9]
[B] – courbe d'accumulation d'événements en fonction du pourcentage de la contrainte de rupture du composite
[C] – visualisation d'un cluster de fibres rompues obtenu pour une déformation appliquée de 1.1 % (soit ~ 72% de la contrainte de rupture) [10]

De ces observations, il apparaît clairement que la rupture de fibres semble être la source prépondérante des événements enregistrés. Nous avons procédé à une analyse classique de l'amplitude des événements localisés pour vérifier que les événements sont bien issus d'un même mécanisme d'endommagement. Cette analyse est utile, à titre comparatif, pour d'autres types de sollicitations où il est plus délicat d'observer directement l'accumulation de rupture de fibres.

Comme Valentin [12] a procédé dans son étude, nous avons réalisé une analyse de la distribution cumulée $G(V)$ des amplitudes dont les valeurs sont supérieures ou égales à V . Afin de procéder au lissage de $G(V)$, Valentin utilise la fonction $g_i(V)$ initialement proposée par Pollock [13] dont la forme est la suivante :

$$g_i(V) = N_i \left(\frac{V}{V_s} \right)^{-b_i}$$

où V_s est la valeur de la plus petite amplitude détectable déterminée par le seuil du système de détection (réglée à 40 dB dans notre étude), N_i est le rapport du nombre d'événements de la distribution sur le nombre total d'événements et b_i est un paramètre d'ajustement.

Plus précisément, il montre qu'à chaque mécanisme d'endommagement indice i , est associée une fonction $g_i(V)$, de telle sorte que dans le cas le plus général (présence d'endommagement par rupture de fibre ($i = 0$), par fissuration intralaminare ($i = 1$) ...), la distribution $G(V)$ est lissée par la fonction :

$$g(V) = g_0(V) + g_1(V) + \dots$$

Pour notre étude, et par application des travaux de Valentin, la fonction $G(V)$ est lissée par une unique fonction : celle qui caractérise l'endommagement par rupture de fibres. Toutefois, nous avons fait le choix d'une fonction de lissage différente de celle de Pollock, centrée sur le maximum d'amplitude [14]. Finalement, $G(V)$ est lissée par la fonction $g(V)$ écrite :

$$g(V) = N_0 \left(\frac{V}{V_s} \right)^{-b_0} \left(\frac{V_a^{-b_0} + V_s^{-b_0}}{V_a^{-b_0} + V^{-b_0}} \right)$$

où V_a désigne l'amplitude maximum de la distribution et $N_0 = 1$.

Ainsi, l'existence de cette unique fonction est synonyme de la présence d'un unique mécanisme d'endommagement (Figure 7.15). La valeur de la puissance b_0 vaut en moyenne 2, conformément aux résultats de Valentin, pour une amplitude maximum V_a de 48 dB (Tableau 7.8).

Les essais de traction suivis par émission acoustique ont montré que l'endommagement du composite unidirectionnel est contrôlé par l'accumulation de rupture de fibres et que l'émission acoustique permet de suivre l'accumulation du nombre de fibres rompues en fonction de la charge appliquée. Nous supposons donc la correspondance entre un événement et une rupture de fibre comme effective et acquise pour la suite de l'étude. Les résultats d'émission acoustique confirment les hypothèses sur le processus d'endommagement. Il s'avère ici que les facteurs d'activation de l'endommagement sont l'augmentation de charge et les mécanismes de report de charge. Dans le cas d'une charge constante, signifiant la perte du principale facteur d'activation de l'endommagement se pose alors la question, de sa poursuite de l'accumulation de ruptures de fibres. Nous allons donc déterminer quel est le facteur d'activation, qui combiné au transfert de charge, peut expliquer l'activité acoustique constatée sous charge constante.

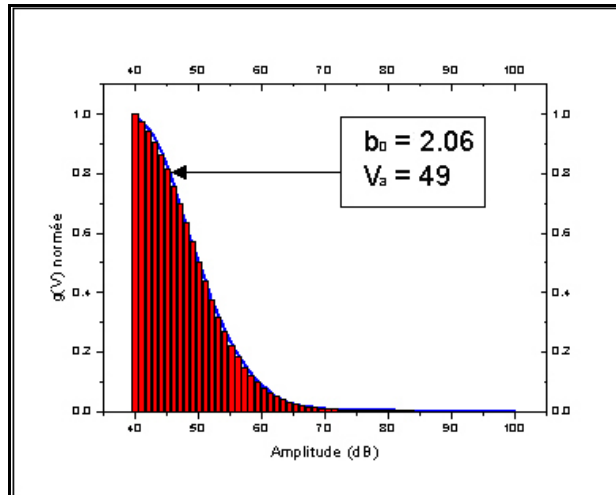


Figure 7.15 - Représentation de la distribution cumulée des amplitudes

Distance entre les 2 capteurs (mm)	Numéro de l'essai	Valeur du paramètre b_0	Valeur de l'amplitude V_a
100	1	2	50
	2	1.99	49
	3	1.95	48
50	4	2.07	51
	5	1.93	50
	6	1.89	49
20	7	1.97	49
	8	2.06	51
	9	2.14	51

Tableau 7.7 - Récapitulatif des paramètres de la fonction de lissage de la distribution d'amplitude des essais de traction

5.1.2. Essais de fluage

L'objectif de ces essais est de vérifier que le composite continue effectivement à s'endommager, sous charge constante, par rupture de fibres et que la fonction proposée par Bunsell et al. [15] permet, après identification de ses paramètres, de lisser la courbe d'accumulation d'endommagement en fonction du temps.

Les essais ont consisté à suivre l'activité acoustique des éprouvettes de séquence (0°_5) sous charge uniaxiale constante pour des durées de maintien d'un minimum de 24 heures. Cinq niveaux de chargement ont été choisis allant de 75 à 95 % de la contrainte de rupture, afin d'obtenir une cinétique d'endommagement suffisamment importante pour mettre en évidence les mécanismes d'endommagement. Pour ces essais, la distance entre les deux capteurs est de 100 mm. Deux cas de figures sont alors observables (Figure 7.16) :

- une stabilisation de l'activité acoustique indépendamment du niveau de chargement. Le composite continue à émettre à un taux de plus en plus faible de sorte que la courbe donnant le nombre total d'émissions en fonction du temps suit le modèle développé par Bunsell et al. (Figure 7.17) ;
- une instabilité de l'activité acoustique. Le composite continue à émettre dans un premier temps à un taux de plus en plus faible jusqu'à l'atteinte d'un seuil à partir duquel le taux est de plus en plus élevé. La courbe donnant le nombre total d'émissions en fonction du temps, après un début logarithmique, évolue alors de manière exponentielle pour conduire à la rupture de l'éprouvette.

La constatation de cette rupture différée de composite sous charge constante est, déjà en soi, une preuve incontestable de la poursuite de l'accumulation de ruptures de fibres. De plus, l'analyse de la distribution des amplitudes des émissions reçues, pour chaque essai (Tableau 7.9), révèle que les amplitudes proviennent d'un unique mécanisme d'endommagement dont la valeur moyenne de la puissance b_0 et de l'amplitude maximale V_a valent respectivement en moyenne 2 et 50 dB. Il apparaît, au regard de ces résultats, que les émissions enregistrées rendent effectivement compte d'un endommagement par rupture de fibres et qu'il y a rigoureusement correspondance entre le nombre de fibres rompues et le nombre d'événements.

Au regard des courbes lissées, il est à noter que pour un même niveau de contrainte, il existe une grande dispersion quant à la cinétique d'accumulation d'événements au cours du temps. En effet, deux cinétiques d'accumulation d'événements peuvent être du même ordre de grandeur alors que le niveau de contraintes imposé, diffère de plusieurs ordres de grandeur. Cette dispersion s'exprime au travers du paramètre A de la fonction de lissage (Tableau 7.10). Cette fonction de lissage dépend de trois paramètres (A, n, τ) dont l'équation, pour rappel (Chapitre 4, § 2.2), prend la forme suivante :

$$N = \frac{A}{1-n} \left[(t + \tau)^{1-n} - \tau^{1-n} \right]$$

où N est le nombre total d'évènements depuis l'atteinte de la charge de fluage, t le temps, τ une constante de temps et n un paramètre sans dimension, traduisant la part croissante de mécanismes d'endommagement autres que ceux intervenant dans la dégradation du matériau unidirectionnel dans le cas d'un modèle de faisceau de fibres.

Pour justifier de la poursuite de l'accumulation de ruptures de fibres, les raisons invoquées nécessitent l'augmentation, tout au moins locale, de la contrainte dans les fibres pour rompre les défauts les plus faibles. Etant donné que la charge macroscopique imposée à l'éprouvette est constante, le facteur d'activation est la relaxation des contraintes au sein de la matrice autour des fibres rompues. Ce mécanisme sera traité, au regard des travaux de la littérature, dans la partie 3, consacrée à la modélisation des mécanismes d'endommagement du composite unidirectionnel. Cette partie permettra de valider ce scénario d'endommagement sous charge constante.

Les essais de fluage suivis par émission acoustique ont montré que l'endommagement du composite unidirectionnel est contrôlé par l'accumulation de ruptures de fibres et que l'émission acoustique permet de suivre directement l'accumulation du nombre de fibres rompues en fonction du temps. Les résultats d'émission acoustique confirment les hypothèses sur le processus d'endommagement sous charge constante. Il s'avère que les facteurs d'activation initiaux de l'endommagement sont à la fois le transfert de charge et la relaxation des contraintes autour des fibres rompues au sein de la matrice viscoélastique.

D'autres méthodes, plus sophistiquées, existent pour analyser les résultats d'émission acoustique. Compte tenu des phénomènes en jeu, l'analyse permet de comprendre, de qualifier et de quantifier les mécanismes. Cependant, les investigations, dans cette optique, n'ont pas été approfondies puisque un événement est supposé être représentatif d'une rupture de fibres. Cette hypothèse devient caduque pour un état de contrainte proche de la rupture où l'on peut observer la saturation de la chaîne d'émission acoustique. A cet instant, seule la rupture finale est comptabilisée comme un unique événement.

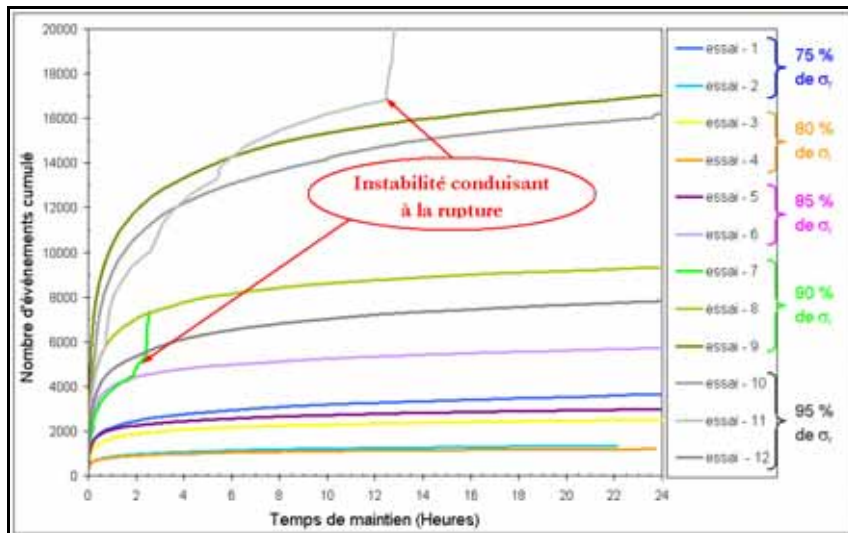


Figure 7.16 - Activité acoustique du composite sous charge constante à différents pourcentages de la contrainte de rupture

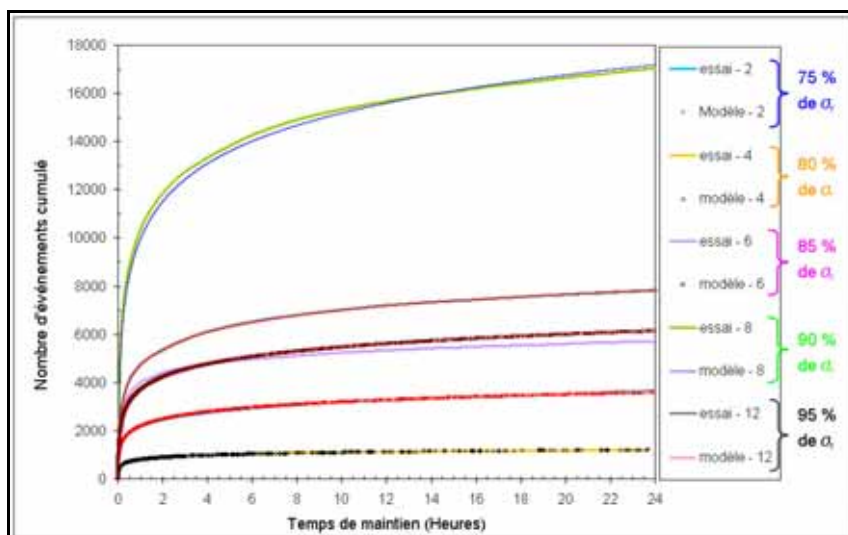


Figure 7.17 - Courbes d'accumulation d'événements et courbes lissées correspondantes

essais	Paramètre b_0	Paramètre V_a	essais	Paramètre b_0	Paramètre V_a
1	2.5	48.66	7	1.41	41.75
2	2.3	48.2	8	2.07	47
3	2.13	49.9	9	1.79	48.4
4	2.05	50	10	1.35	43
5	2.30	51.2	11	1.85	46
6	1.99	49.7	12	2.1	49.3

Tableau 7.8 - Récapitulatif des paramètres de la fonction de lissage de la distribution d'amplitude des essais de fluage

essais	Paramètre A	Paramètre n	Paramètre τ	essais	Paramètre A	Paramètre n	Paramètre τ
1	123.88	0.99	8.68	7	870.63	0.99	56
2	326.87	0.99	12.75	8	1224.25	0.99	27
3	127.78	0.99	6.27	9	2322	0.99	46
4	299.65	0.99	15	10	1775.9	0.99	93
5	342.9	0.99	10.97	11	998.08	0.99	32
6	770	0.99	30.44	12	2035.68	0.99	71

Tableau 7.9 - Valeurs des paramètres de la fonction de lissage

5.1.3. Les essais sous sollicitations uniaxiales cycliques

L'objectif de ces essais est de vérifier s'il existe d'autres mécanismes susceptibles d'influencer, de manière non négligeable, la cinétique d'endommagement par rupture de fibres comme par exemple la plasticité de la matrice.

Les éprouvettes (0°_5) ont été soumises à 25 cycles, comprenant chacun, une mise en charge à 80% de la contrainte à rupture, une stabilisation à cette charge pendant 3 heures puis une période de relaxation à charge nulle pendant la même durée. Le nombre d'événements obtenu au cours des périodes à la charge maximale a été cumulé puis comparé à la courbe extrapolée du premier cycle. La courbe extrapolée représente la cinétique d'endommagement du composite maintenu à la charge maximale pour la période totale (25 x 3 heures) et est assimilé à l'endommagement obtenu en fluage pure.

L'analyse des résultats montre, par comparaison directe des deux courbes, un supplément d'activité à chaque nouveau cycle par rapport à la courbe de fluage (Figure 7.18). Toutefois, ce surplus d'activité tend au fil des cycles à diminuer pour disparaître après 15 cycles. Au vu de ces résultats, il semble exister un autre mécanisme que ceux évoqués précédemment entraînant un niveau de contraintes dans les fibres intactes au voisinage des fibres rompues supérieur à celui atteint au cycle précédent et qui est activé par le retour à charge nulle. Ce phénomène sera abordé dans le chapitre de la modélisation.

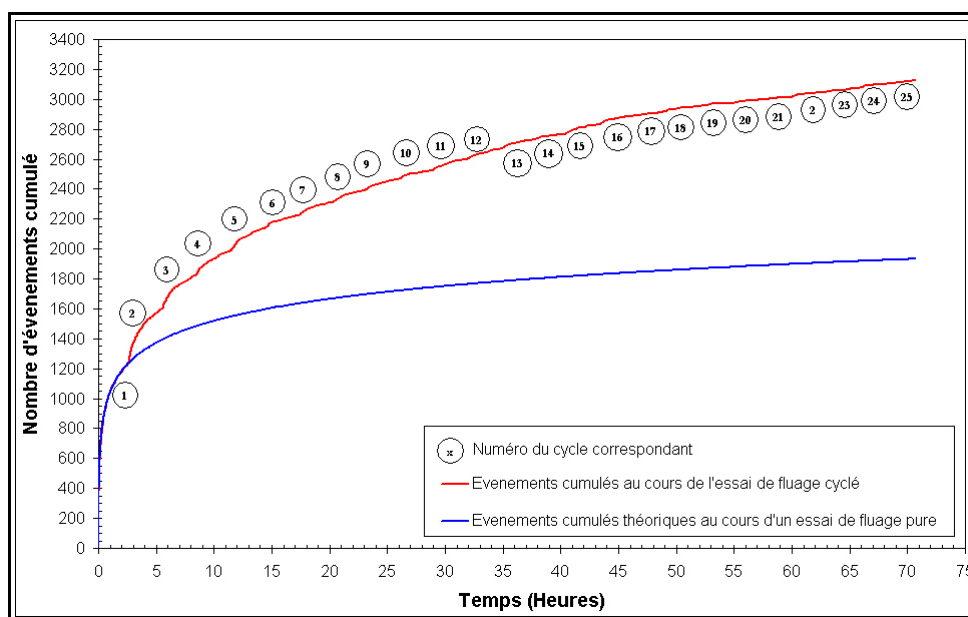


Figure 7.18 - Influence des sollicitations cycliques sur la cinétique d'endommagement

5.2. Réservoir Composite

L'objectif de ces essais est d'apporter les arguments nécessaires à la justification de l'application de la méthode proposée [15] pour prédire la cinétique d'endommagement des réservoirs composites sous pression constante. La démarche consiste à vérifier la similitude du comportement acoustique du composite des réservoirs pour des sollicitations équivalentes au comportement du composite unidirectionnel. Il s'agit de vérifier que les hypothèses établies sur les facteurs d'activation de l'endommagement (augmentation de charge, report de charge et relaxation des contraintes au sein de la matrice), justifient l'accumulation d'événements (ruptures de fibres).

5.2.1. Essais de pressurisation interne jusqu'à rupture

L'objectif est d'établir le comportement acoustique sous charge constante et d'estimer le nombre maximal d'événements à rupture, et ceci pour le même essai.

Cet essai de pressurisation interne consiste à atteindre l'éclatement du réservoir, par palier d'une heure à 50 bar. Ces paliers intermédiaires d'une durée d'une heure sont effectués pour s'assurer d'une stabilisation de l'endommagement. La courbe du nombre d'événements en fonction de la pression interne (Figure 7.19 [A]) montre, dans les phases de montée en pression, une évolution exponentielle et dans les phases sous charge constante une évolution logarithmique (Figure 7.19 [B, C]). Par ailleurs, lors de la montée vers le palier à 400 bar, l'activité acoustique, trop intense, a nécessité d'augmenter le seuil de détection à 80 dB, fixé initialement à 40 dB, pour éviter la saturation du signal ce qui a eu pour conséquence de minimiser le nombre maximum d'événements à rupture. L'éclatement est atteint à 676 bar.

Un second essai a été mené pour estimer le nombre d'événements à rupture du réservoir. Cette fois, la mise en pression est réalisée de manière continue jusqu'à 500 bar à la vitesse de 10 bar/minute. L'extrapolation de la courbe à la pression d'éclatement de 676 bar, obtenue à l'essai précédent, donne un nombre approximatif d'événements de plus de 2 millions. Si un événement correspond effectivement à une rupture de fibre alors ce chiffre peut paraître important. Cependant, il apparaît, par un calcul simple, que ce nombre ne représente, en fait, que 1.5 % du nombre total des fibres directement impliquées dans la résistance à l'effort longitudinal qu'exerce la pression interne sur les parois cylindriques du réservoir.

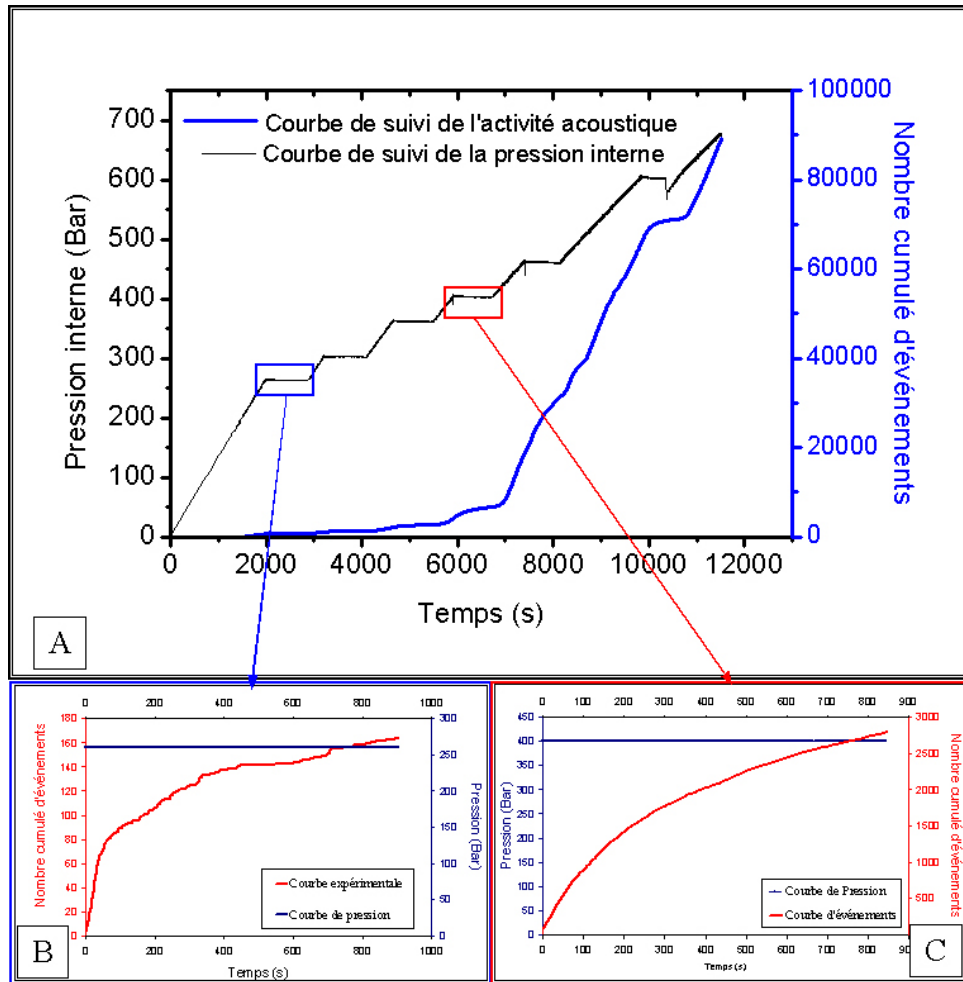
Pour cette évaluation, le calcul a consisté à ne considérer que les plis à 90° par rapport à l'axe du cylindre de la partie cylindrique du réservoir, soit au final, une section rectangulaire de coté 6.2 x 1200 mm (6.2 mm représente la somme des épaisseurs de plis à 90° et 1200 mm la longueur de la partie cylindrique du réservoir, pour une fraction volumique de fibre prise égale à 54 %). Cette section rapportée à la section moyenne d'une fibre donne approximativement 100 millions de fibres qui participent à la reprise de l'effort dans la section considérée.

Ainsi, conformément au comportement acoustique des éprouvettes de composite sous divers types de tractions uniaxiales, la cinétique d'accumulation d'événements du réservoir composite suit :

- une évolution exponentielle lors d'une augmentation régulière de la pression interne jusqu'à l'atteinte de la pression de rupture ;
- une évolution logarithmique lors d'un maintien à pression constante.

Par conséquent, il semble effectivement que la cinétique d'endommagement est régie par les mêmes mécanismes d'endommagement et que les événements peuvent être assimilés à des ruptures de fibres. L'analyse en amplitude n'a pas été appliquée dans le cas des réservoirs, en raison de la forte atténuation des ondes. L'étape suivante est de vérifier que le lissage de la courbe d'événements cumulés en fonction de

la durée de maintien à charge constante permet d’anticiper le comportement en fluage des réservoirs composite. Pour ce faire, différents essais de fluage à court terme sont réalisés pour l’identification des paramètres de cette fonction de lissage.



5.2.2. Essais de fluage à court terme

Les essais ont consisté à suivre l’activité acoustique de réservoirs sous une pression interne constante. Trois niveaux de pression ont été choisis : 200, 300 et 500 bar. Le premier correspond à la pression maximale atteinte sur bus, le second à la pression de timbrage et le troisième a une surpressurisation afin d’obtenir une cinétique d’endommagement plus importante et ainsi mettre en évidence les mécanismes d’endommagement établis sur éprouvettes.

Les essais montrent que le nombre cumulé d’événements à une pression donnée est parfaitement lissé par la fonction logarithmique proposée (Figure 7.20). Il est intéressant de se pencher sur les valeurs des coefficients de cette fonction et plus particulièrement sur la valeur du coefficient n . En effet, comme il a déjà été mentionné (Chapitre 4, § 2.2), plus la valeur du coefficient n s’écarte de l’unité, plus les événements obtenus ont de chance de provenir d’autres mécanismes d’endommagement que celui de la rupture de fibres. Ainsi, pour rappel, Valentin [12] avait obtenu un coefficient de 0.99 sur une éprouvette unidirectionnelle et un coefficient de 0.9 pour un tube bobiné (0° , 90° , 0°).

L’identification des coefficients de la fonction de lissage obtenue à partir de ces essais de fluage montre clairement que le coefficient n prend des valeurs très proche de l’unité. On peut donc affirmer, dans ce cas

de figure, que l'endommagement enregistré provient principalement de rupture de fibres. Par ailleurs, il a été noté que pour une même pression, comme cela a pu être constaté sur les éprouvettes, on retrouve une grande dispersion quant à la cinétique d'endommagement. Cette dispersion s'exprime au travers du coefficient A de la fonction de lissage (Tableau 7.11).

Ces essais de fluage permettent au travers d'un lot de réservoirs représentatifs d'une série de fabrication, d'obtenir une cinétique d'endommagement caractéristique de la structure. Par lissage, puis extrapolation, et en choisissant judicieusement un critère de dimensionnement, il sera possible d'évaluer la durée de vie résiduelle du réservoir contrôlé. Dans l'objectif d'une industrialisation de ce procédé, après justification des hypothèses dans la partie 3, la dernière partie de ce mémoire traitera ces essais et les essais de fluage à plus long terme dans une phase de validation de la procédure de contrôle et de qualification des réservoirs.

L'étape suivante est de vérifier pour le mode de sollicitation cyclique imposé sur bus, si l'amplitude de pression a une influence sur la cinétique d'endommagement et nécessite d'inclure dans le modèle la possibilité d'une plastification de la matrice.

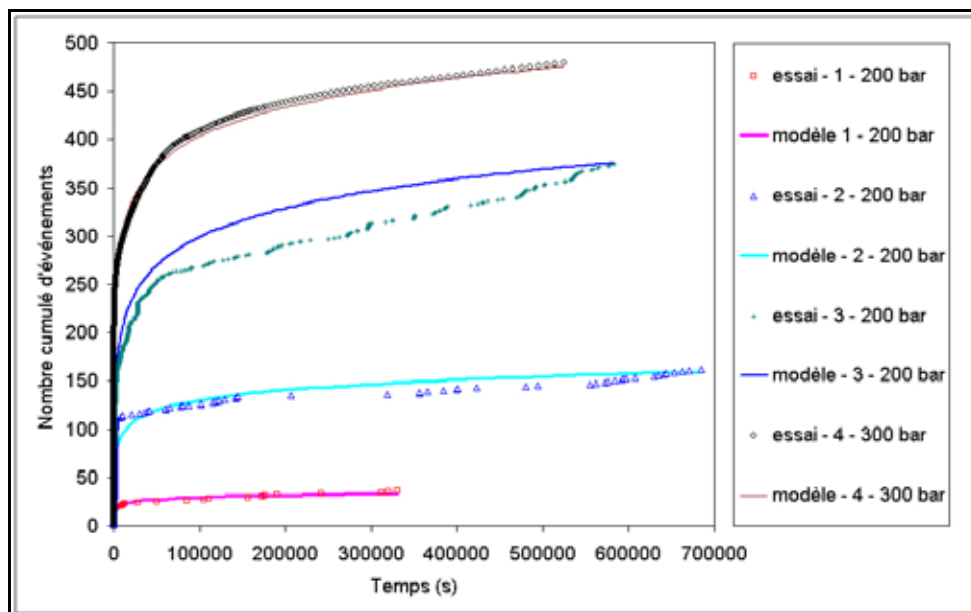


Figure 7.20 - Courbes d'accumulation d'événements sur réservoirs et courbes lissées correspondantes

essais	Paramètre A	Paramètre n	Paramètre τ	Pression de fluage
1	2.68	.99	3.56	200 bar
2	13.63	.985	14.03	200 bar
3	33.92	.99	53	200 bar
4	41	.989	7.91	300 bar
5	10288	.996	208	500 bar

Tableau 7.10 - Valeurs des paramètres de la fonction de lissage des réservoirs

5.2.3. Essais de sollicitations cycliques

Il est démontré, à partir des essais de sollicitations cycliques sur éprouvettes, que l'amplitude du cycle a une influence sur la cinétique d'endommagement du composite. Dans le cadre de l'application de la méthode aux réservoirs composites sur bus, il apparaît judicieux de quantifier l'influence de la plastification de la matrice sur la cinétique d'endommagement. Nous avons réalisé des essais de sollicitations cycliques entre 15 et 200 bar au rythme de 1 cycle/20s.

Le suivi de la cinétique d'endommagement (mesurée par un contrôle de 24 heures à la pression de 200 bar) en fonction du nombre de cycles a permis de vérifier l'impact du nombre de cycles sur la cinétique d'endommagement. Pour ce faire, nous considérons uniquement la cinétique d'endommagement pendant les paliers de pression afin de voir si le programme d'application des sollicitations cycliques précédentes a modifié la cinétique d'endommagement. Une comparaison à la cinétique d'endommagement établie à partir du premier palier à 200 bar permet de quantifier l'impact des cycles de pressurisation sur la cinétique d'endommagement et ainsi de savoir si le modèle de lissage de la cinétique peut être appliqué.

L'évolution du nombre d'événements au cours du temps montre le parfait suivi du modèle d'endommagement en fluage en dépit des nombreux cycles (Figure 7.21). Par conséquent, dans le cadre de l'application du modèle aux réservoirs sur bus, on peut conclure que l'amplitude de sollicitation appliquée aux réservoirs n'active pas le mécanisme induit par la plastification de la matrice.

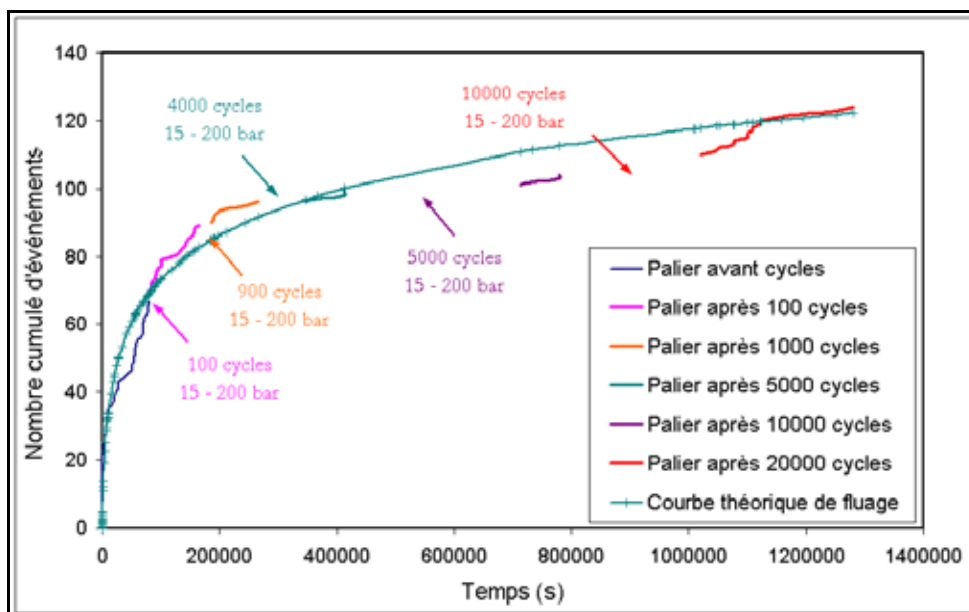


Figure 7.21 - Evolution de la cinétique d'accumulation d'événements contrôlée à 200 bar en fonction du nombre de cycles réalisés entre 15-200 bar

L'ensemble de ces essais, nous permet d'affirmer que les conclusions identifiées sur composite unidirectionnel sont applicables à la structure plus complexe des réservoirs composite où le mode d'endommagement par rupture de fibres est effectivement le mode d'endommagement principal. La technique de l'émission acoustique est un outil efficace pour suivre l'accumulation de ruptures de fibres. Cependant, avant de poursuivre les investigations sur le comportement acoustique des réservoirs dans l'objectif du développement d'un moyen de contrôle des réservoirs, il est nécessaire de vérifier le bien fondé des hypothèses quant aux mécanismes microscopiques invoqués, suivant la nature de la sollicitation, pour justifier de l'accumulation de rupture de fibres.

Pour conclure cette partie expérimentale et avant d'aborder la modélisation de ces mécanismes, il est important de rappeler dans quelles circonstances ils se manifestent.

Ainsi, nous avons pu constater que l'augmentation continue de la charge appliquée à l'éprouvette conduit à une évolution de l'endommagement de type exponentiel. Ce comportement est attribué d'une part, à la dispersion de la résistance mécanique de la fibre qui conduit avec l'augmentation de la charge à une accumulation aléatoire des ruptures de fibres et d'autre part, aux mécanismes de reports de charge des fibres rompues sur les fibres intactes. Ce second mécanisme mène progressivement, avec l'augmentation de la charge imposée au composite, au passage d'une accumulation aléatoire de rupture de fibres à un endommagement localisé sous forme de clusters de fibres rompues qui croissent indépendamment les uns des autres jusqu'à une taille critique qui entraîne la rupture du composite.

L'application d'une charge constante conduit à une évolution de l'endommagement de type logarithmique. Ce comportement est toujours lié à la statistique de rupture de la fibre et aux mécanismes de reports de charge mais dans ce cas l'augmentation de charge n'est plus induit par la charge macroscopique appliquée au composite mais par la relaxation locale de la matrice au voisinage des fibres rompues. Les propriétés viscoélastiques de la matrice sont donc à l'origine de cette évolution de l'endommagement en fonction du temps à charge constante.

En complémentarité, deux autres mécanismes pouvant modifier la cinétique d'accumulation de ruptures de fibres semblent suffisamment influant pour être cités : la plasticité de la matrice, mise en évidence lors de sollicitations cycliques et la décohésion à l'interface de la fibre rompue/matrice observée dans d'autres études [16, 17].

La partie suivante est donc consacrée au développement d'un modèle numérique multiéchelle dont le but est de justifier les conclusions précédentes et de mettre en œuvre l'utilisation de l'émission acoustique comme moyen fiable de suivre et donc de prévoir le comportement des réservoirs composites.

- [1] Weibull W., A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, vol. 9, 1951, pp. 293-296.
- [2] Lavaste V., Etude du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale des fibres céramiques à base d'alumine, Tome 1, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, juin 1993.
- [3] Deléglise F., Berger M.H., Jeulin D., Bunsell A.R., Microstructural stability and room temperature mechanical properties of the Nextel 720 fibre, Journal of the European Ceramic Society, vol. 21, 5, 2001, pp. 569-580.
- [4] Chohan V. and Galiotis C., Effects of interface, volume fraction and geometry on stress redistribution in polymer composites under tension, Composites Sciences and Technology, vol. 57, 1997, pp. 1089-1101.
- [5] Van den Heuvel P.W.J., Peijs T. and Young R.J., Failure phenomena in two-dimensional multi-fibre microcomposites. Part 4 : a Raman spectroscopy study on the influence of the matrix yield stress on stress concentrations, Composites A, vol. 31, 2000, pp. 165-171.
- [6] Zhao F.M., Martin R.D.S., Hayes S.A., Patterson E.A., Young R.J. and Jones F.R., Photoelastic analysis of matrix stresses around a high modulus sapphire fibre by means of phase-stepping automated polariscope, Composites A, vol. 36, 2005, pp. 229-244.
- [7] Petitpas E., Comportement et endommagement des matériaux composites stratifiés, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, juin 1993.
- [8] Laroche D., Accumulation d'endommagement dans le carbone époxyde détecté par émission acoustique, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, mai 1980.
- [9] Kim J.K., Kim C.S. and Song D.Y., Strength evaluation and failure analysis of unidirectional composites using Monte Carlo simulation, Materials Science and Engineering A, vol. 340, 2003, pp. 33-40.
- [10] Okabe T. and Takeda N., Size effect on tensile strength of unidirectional CFRP composites – experiment and simulation, Composites Science and Technology, vol. 62, 2002, pp. 2053-2064.
- [11] Phoenix S.L. and Beyerlein I.J., Statistical strength theory for fibrous composite materials, in : Comprehensive composite materials, ed. A. Kelly, C. Zweben, vol. 1, Pergamon, 2000, pp. 559-639.
- [12] Valentin D., Etude par émission acoustique de l'endommagement sous sollicitations mécaniques des composites carbone résine, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, juin 1983.
- [13] Pollock A.A., Acoustic emission amplitudes, Non Destructive Testing, vol. 6, 1973, pp. 264-270.
- [14] Berthelot, J.M., Relation between amplitudes and rupture mechanisms in composite materials, in : Second International Symposium on Acoustic Emission From Reinforced Composites, The society of the Plastics Industry, (July 21-25 1986), pp. 126-133.
- [15] Bunsell A.R., The monitoring of damage in carbon fibre composite structures by acoustic emission, in : Composite Structures 2, ed. I.H. Marshall, Applied science publ., 1983, pp. 3-20.
- [16] Gulino R., Schwartz P. and Phoenix S.L., Experiments on shear deformation, debonding and local load-transfer in a model graphite/glass/epoxy microcomposite, Journal of Materials Science, vol. 26, 1991, pp. 6655-6672.
- [17] Drzal L.T. and Madhukar M., Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties, Journal of Materials Science, vol. 28, 1993, pp. 569-610.

Partie 3

Modélisation

Chapitre 8 - Analyse des micromécanismes de transfert de charge au sein d'un composite à fibres longues

1. Introduction

Pour des motivations souvent économiques, en raison de leur bon rapport poids/performance, les composites sont de plus en plus utilisés dans la construction des structures industrielles. Pour des questions de sécurité, il devient primordial de prédire leur comportement et par conséquent leur durée de vie. A titre d'exemple, citons le cas des véhicules automobiles, bus en particulier, dont le combustible est du gaz naturel contenu sous pression (~200 bars) dans des réservoirs en composite carbone/époxy garantis pour une utilisation d'au moins 20 années. La prévision de la durée de vie de telles structures est délicate, notamment parce que des effets que l'on peut négliger sur des courtes périodes de temps peuvent devenir prépondérants sur des longues périodes, c'est le cas du fluage par exemple. Ainsi sous fluage long, on observe que des réservoirs peuvent rompre à des valeurs inférieures à celle de leur charge à rupture (obtenue par un essai de pressurisation contrôlée jusqu'à la rupture) alors qu'aucune déformation appréciable n'est enregistrée au niveau macroscopique. C'est en fait la coalescence de rupture de fibres qui est la cause de la ruine de la structure, c'est-à-dire la coalescence de phénomènes qui se produisent d'abord à l'échelle microscopique. L'enregistrement des bruits acquis par des capteurs acoustiques placés sur la peau d'un réservoir le confirme.

L'objectif final de notre étude repose sur cette préoccupation industrielle particulière : prévoir la durée de vie des réservoirs sous pression. La première étape importante consiste à analyser et expliquer les phénomènes prépondérants qui sont la cause de cette rupture. Pour cela, nous avons fait le choix d'une analyse microscopique, c'est-à-dire à l'échelle qui distingue les fibres de la matrice et considère ces deux phases comme homogènes. L'outil d'analyse est la méthode des éléments finis. Evidemment, le bien-fondé de la démarche et des conclusions ne pourra être acquis que par comparaison à des résultats obtenus par d'autres méthodes. C'est la raison pour laquelle les travaux fondés sur les approches de type Shear-Lag auront pour nous une grande importance. Leurs résultats seront les points d'accroche de notre démarche et représentent des éléments précieux de comparaison.

L'originalité de nos travaux ne provient pas seulement de l'utilisation de la méthode des éléments finis, mais de trois autres aspects remarquables :

- d'abord, le choix et le nombre des microstructures étudiées. En effet, si beaucoup d'études se limitent le plus souvent à une microstructure modélisant une fibre isolée dans de la matrice, ou un matériau équivalent, on étudie pour notre part, plusieurs états d'endommagement allant de peu à beaucoup de fibres rompues, modélisés par l'intermédiaire de plusieurs cellules élémentaires périodiques caractéristiques du V.E.R. de ces états ;
- un autre point original de notre travail est d'apprécier l'influence d'un début de décohérence à l'interface fibre/matrice au lieu de la rupture de la fibre. Pour ces raisons, le comportement de la matrice est d'abord considéré comme élastique linéaire puis viscoélastique linéaire ;
- enfin, le comportement de la matrice étant supposé élasto-plastique (comportement assimilable à un comportement viscoélastique limite où les temps de relaxation seraient très grands), on regarde qu'elle est la conséquence d'un rechargement après décharge.

En raison de tous ces différents postulats, nous réduisons les limites habituelles des approches par éléments finis en terme de prise en compte du nombre et de l'interaction des fibres rompues tout en conservant la précision d'évaluation des différents champs (contraintes notamment). Nous pouvons également expliquer les phénomènes observés de ruptures de fibres au sein d'une structure sollicitée hors de sa mise en charge, en d'autres termes, nous pouvons expliquer les ruptures de fibres constatées lors d'une sollicitation de fluage. Ces mécanismes se justifient par l'évolution en fonction du temps des coefficients de transfert de charge d'une fibre rompue vers ses voisines, et l'évolution des longueurs de fibres dites inefficaces. Enfin, nous verrons que l'effet charge/décharge d'une matrice élasto-plastique modifie l'état de référence du milieu hétérogène, ce qui a pour conséquence de sous évaluer la charge réellement supportée par les fibres. Préalablement à tous ces calculs, une investigation quasi exhaustive a été faite sur le problème des conditions aux limites imposées sur les cellules et celui de la validité des résultats. Ainsi, des résultats existants et estimés acquis devront être rediscutés.

2. Synthèse bibliographique et historique

Dans le cas des composites unidirectionnels carbone/époxy soumis à un effort de traction dans la direction des fibres, les modèles de prédiction de leur rupture sont basés, la plupart du temps, sur :

- la connaissance de la distribution stochastique de la résistance de la fibre de carbone (modélisation par la fonction de distribution de Weibull [1] en règle générale) ;
- le calcul des coefficients de transfert de contraintes dans les fibres intactes voisines de fibres rompues ;
- l'atteinte d'une taille critique de cluster de fibres rompues ou la coalescence de clusters indépendants conduisant à la ruine macroscopique de l'unidirectionnel.

Il apparaît, au travers de ces modèles, que la clé d'une évaluation réaliste de la contrainte macroscopique de rupture est la bonne appréciation des coefficients de transfert de charge et de la longueur sur laquelle agit cette surcontrainte et ceci afin d'estimer correctement l'évolution de la probabilité de rupture des fibres intactes voisines. Une estimation fiable de ces quantités, ou tout du moins dans un bon ordre de grandeur, nécessite une modélisation fine de la microstructure et en particulier une bonne connaissance du comportement in-situ de la matrice, de l'interface fibre/matrice et de la répartition des fibres. C'est ce dernier point, notamment en raison de la difficulté de la prise en compte de la réalité complexe des phénomènes de rupture, qu'en 1952, Cox [2] introduit le concept d'une résolution analytique dite « Shear-Lag », les calculs par éléments finis n'étant pas à l'époque objectivement raisonnables à cause de la faible puissance des ordinateurs. Dans son analyse, il prend en compte une unique fibre rompue enrobée par une matrice élastique d'épaisseur plus ou moins importante et ne considère pas les fibres intactes avoisinantes. L'hypothèse principale de son modèle est que la matrice ne peut pas supporter de charge axiale mais uniquement des charges induisant des cisaillements.

Des extensions bidimensionnelles de cette analyse (qu'on appellera ici Shear-Lag 2D), réalisées par Hedgepeth [3], puis tridimensionnelle (qu'on appellera ici Shear-Lag 3D) par Hedgepeth et Van Dyke [4], évaluent l'état de contraintes dans chacune des fibres intactes entourant une fibre rompue. Ce modèle considère que le composite occupe un domaine infini où les fibres sont distribuées selon un réseau soit, carré soit, hexagonal.

Ochiai et al. [5] ont introduit dans le modèle Shear-Lag 3D [4] la résistance axiale de la matrice. Par cette modification, ils ont montré l'influence de la rigidité axiale de la matrice et l'influence de la fissuration de la matrice en prolongement de la rupture de la fibre sur les coefficients de transfert de charge.

Cependant, Goree [6] a pu montrer dans son étude de l'influence du nombre de fibres rompues sur le coefficient de transfert de charge, une limite au modèle de Hedgepeth et Van Dyke [4]. La distance inter-fibre n'a pas d'effet sur le champ de contraintes dans les fibres intactes. Par conséquent, tous les modèles développés par la suite ayant comme base ceux de Hedgepeth (Shear-Lag 2D ou 3D) comporteront cette limite.

Phœnix et Sastry [7, 8] à partir du modèle Shear-Lag 2D de Hedgepeth [3] ont développé un modèle original appelé technique de superposition de l'influence d'une rupture qui présente cette limite. Celui-ci est basé sur le principe de superposition développé par Kachanov [9] pour les matériaux isotropes, adapté aux matériaux composites. Par cette méthode, ils ont introduit la possibilité de calculer les coefficients de transfert de charge pour une distribution de ruptures de fibres réparties aléatoirement dans le composite, contrairement au modèle Shear-Lag 2D où les ruptures ne peuvent se développer dans les fibres voisines que dans le plan de rupture de la fibre initialement rompue.

Par ailleurs, Nedele et Wisnom [10, 11] à l'aide d'une technique radicalement différente, au sens où elle n'est plus analytique, celle des éléments finis, ont montré par un calcul tridimensionnel deux résultats intéressants :

- les coefficients de transfert de charge calculés par les modèles Shear-Lag sont dans du même ordre de grandeur que ceux qu'ils évaluent : leur analyse montre un coefficient de 1,058 dans la fibre adjacente de la rupture pour un coefficient de 1,104 prédit par Hedgepeth et Van Dyke [4] ;
- la variation de la distance interfibre entraîne effectivement une modification des coefficients de transfert de charge (de l'ordre de 3 %).

Pour ce calcul, les auteurs ont considéré les fibres et la matrice comme ayant un comportement élastique linéaire homogène isotrope et les fibres distribuées selon un réseau hexagonal. Pour permettre la modélisation des deux distances inter-fibre, deux taux de fibres (60 et 88 %) ont été modélisés.

Plus récemment Landis et McMeeking [12] ont repris la formulation de Hedgepeth et Van Dyke [4], mais ils ont modifié la modélisation de la matrice de manière à ce que les interactions entre fibres soient directement liées aux propriétés physiques de la matrice. Ce modèle entraîne une modification importante des coefficients de transfert de charge qui se rapprochent des coefficients évalués par la méthode de Nedele et Wisnom [10] puisque, dans les mêmes conditions de modélisation, ils évaluent la valeur du coefficient à 1,081.

Cependant, pour l'ensemble de ces modèles, l'évaluation des coefficients de transfert de charge passe toujours par l'utilisation d'un comportement de matrice élastique linéaire (voire parfaitement plastique) mais ne prend pas en compte l'influence de la viscosité pourtant présente dans la matrice époxy. Les pionniers dans cette voie, Lipschitz et Rotem [13], ont montré, au travers d'un calcul de probabilité de rupture de composites unidirectionnels basé sur le modèle de Rosen [14], que les propriétés viscoélastiques de la matrice pouvaient entraîner une rupture différée. Cette évaluation de la probabilité de rupture est basée sur l'augmentation en fonction du temps de la longueur inefficace de la fibre rompue due à la relaxation des contraintes de cisaillement de la matrice.

Lagoudas et al. [15] ont modifié le modèle Shear-Lag 2D de Hedgepeth [3] afin de considérer une matrice viscoélastique linéaire. De par le choix d'une loi viscoélastique de fluage du type module de complaisance en loi de puissance, ils ont montré que les zones d'endommagement croissent avec le temps et que la croissance de la longueur inefficace est fonction de l'exposant de temps de la loi de puissance. Plus récemment, Beyerlein [16] a développé un modèle intitulé « Viscous Break Interaction » (VBI) reprenant la formulation précédente mais en considérant le principe de superposition utilisé par Phœnix et Sastry [7, 8] dans le cas élastique pour tenir compte de la rupture aléatoire des fibres. Cependant, ces deux

modélisations présentent les limites révélées à la fois par Goree [6] et Nedele [10] pour une matrice élastique.

Notre étude puisqu'elle est construite sur la méthode des éléments finis permet de faire disparaître la plupart des limitations précédentes induites par les hypothèses du modèle Shear-Lag 2D. Elle ne prend évidemment pas en compte tous les phénomènes microscopiques mais elle brosse un panel assez complet de ceux qui sont, à notre avis, essentiels et permet finalement d'en avoir une appréciation assez fine. Par ailleurs, un point sur lequel nous avons été très vigilants, a été de bien vérifier que notre étude retrouvait les ordres de grandeurs et les tendances des modèles précédents.

3. Principe de la modélisation du phénomène de rupture des fibres et de la décohésion

3.1. Les objectifs de la modélisation

Les calculs doivent nous renseigner sur l'état des contraintes dans les fibres voisines de la fibre rompue. Ceci suppose de travailler à l'échelle microscopique, c'est-à-dire au sein d'un Volume Élémentaire Représentatif (V.E.R.) qui distingue les fibres de la matrice. Le comportement de la fibre est supposé élastique linéaire homogène isotrope et celui de la résine, également homogène isotrope, est pris viscoélastique linéaire puis élasto-plastique. Toutefois, dans un souci de vérification de l'existant, une investigation poussée utilise, au préalable, une matrice dont le comportement est élastique linéaire. Alors, solliciter ce V.E.R., doit nous permettre pour différents états d'endommagement du matériau (c'est-à-dire pour différents taux de fibres rompues) :

- d'estimer l'impact de l'endommagement sur le transfert de charge vers les fibres intactes ;
- d'évaluer l'état des contraintes dans la fibre rompue ;
- d'observer la perturbation du champ de contraintes dans la résine au voisinage de la rupture ;
- d'appréhender l'influence de la longueur de décohésion autour de la fibre rompue ;
- de considérer la relaxation de la matrice et la redistribution des contraintes aussi bien dans le plan de la rupture que suivant l'axe des fibres ;
- de quantifier l'effet des cycles de charge/décharge sur le transfert de charge fibre rompue/fibres intactes,

pour finalement modéliser la cinétique de rupture des fibres en fonction du temps.

La définition de la géométrie du V.E.R. est donc importante et nécessite une investigation expérimentale fine basée sur des observations de coupes transversales du composite. Toutefois, on peut déjà statuer sur les états d'endommagement pour lesquels ils seront représentatifs. En effet, les études [2, 4, 8, 10, 11, 12,] concernant l'influence sur son voisinage d'une unique fibre rompue ont pu montrer que la perturbation engendrée se limitait aux premières fibres voisines : les fibres intactes entourant la fibre rompue jouent en fait un rôle d'écran. Ainsi, au-delà de la troisième plus proche fibre intacte, ces études estiment que la rupture n'a quasiment plus d'effet sur le champ de contraintes. Pour cette raison, nous avons fait le choix de modéliser les différents états d'endommagement du matériau par les six états suivants :

- l'état noté E-N ($N = 32, 16, 8, 4$ et 2) correspond à 1 fibre rompue sur N ;
- l'état noté E-0 correspondant à l'état rompu.

Enfin, signalons que l'on définit l'état $E-\infty$ du matériau comme celui correspondant à une fibre rompue au sein du matériau vierge.

Nous mettrons en évidence au cours de l'étape d'analyse à l'échelle microscopique, que l'état E-16 correspond à un état pour lequel il n'y a quasiment pas d'interaction entre les sites de rupture et donc que nous pouvons estimer que l'état E-32 défini par le Volume Élémentaire Représentatif dont la contrainte de rupture (dans le sens des fibres) est constante en moyenne.

3.2. Choix du V.E.R.

Rappelons qu'étant donnée l'échelle à laquelle s'amorcent et coalescent les mécanismes d'endommagement du composite unidirectionnel que l'on souhaite expliquer, l'étude est menée à l'échelle qui distingue les fibres et la matrice : l'échelle microscopique. A cette échelle, des observations (par microscopie optique) de plusieurs coupes de la partie composite de nos réservoirs montrent d'abord que le composite peut être assimilé à un milieu périodique : la distribution des fibres au sein de la matrice est relativement régulière. Par conséquent, la description du V.E.R. est réduite à sa plus simple représentation et nous parlerons alors de cellule élémentaire périodique représentative du V.E.R. (ou, plus simplement, de cellule élémentaire). Egalement, l'observation de ces coupes nous révèle des zones de forte concentration en fibres où la distribution est plutôt hexagonale et d'autres plus riches en résine montrant une distribution carrée. Le compromis entre la complexité de la géométrie de la cellule et le souci d'obtenir une représentation fidèle du matériau nous a conduit à opter pour une distribution carrée de fibres. Ainsi, le matériau à l'état sain est modélisé par la cellule notée CS-32 (Figure 8.1).

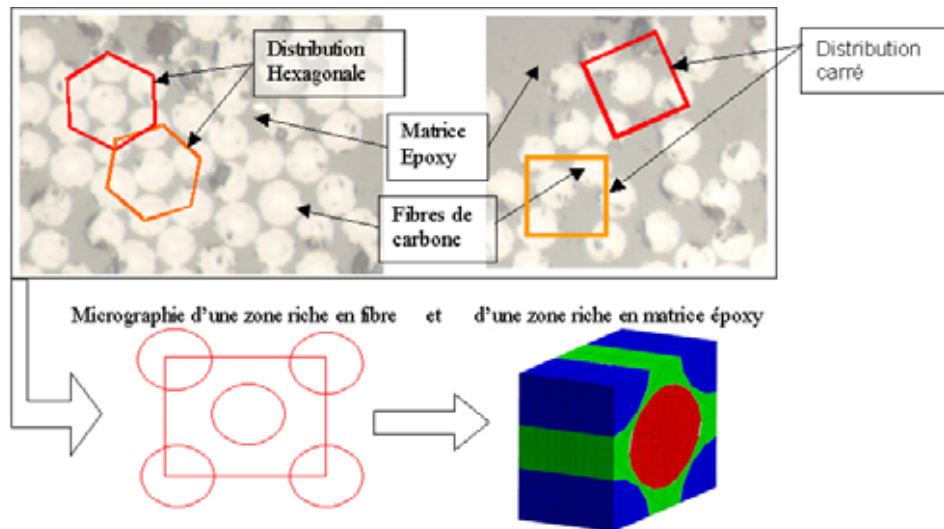


Figure 8.1 - Définition d'une cellule périodique représentative du matériau sain

Les différentes configurations d'endommagement du composite que nous avons choisies sont, quant à elles, décrites par les six cellules suivantes (Figure 8.2) :

- l'état noté E-N ($N = 32, 16, 8, 4$ et 2) correspond à 1 fibre rompue sur N. Il est représenté par la base périodique Y, noté C-N ;
- l'état noté E-0 correspondant à l'état rompu. Il est représenté par la base périodique Y, noté C-0.

Enfin, signalons que l'on définit l'état $E-\infty$ du matériau comme celui correspondant à une fibre rompue au sein du matériau vierge. Cet état endommagé est représenté par la cellule C- ∞ . Cette cellule reprend en fait la modélisation choisie par Nedele et Wisnom [10] qui consiste à ajouter autour des deux

fibres modélisées (la fibre rompue et la fibre intacte la plus proche voisine pour quantifier le report de charge) un matériau ayant les propriétés du composite homogénéisé pour tenir compte de l'influence du reste du composite (méthode selfconsistent). Cette cellule sera pour nous un élément de validation de nos calculs et notamment permettra de comparer les résultats avec l'état E-32 et la cellule C-32.

Nous présentons dans la suite les détails de la mise en données d'une cellule sollicitée. Evidemment, ces détails valent pour les cellules C-2, C-4, C-8, C-16, C-32, C- ∞ et CS-32. Toutefois, les illustrations seront présentées uniquement sur la cellule C-2.

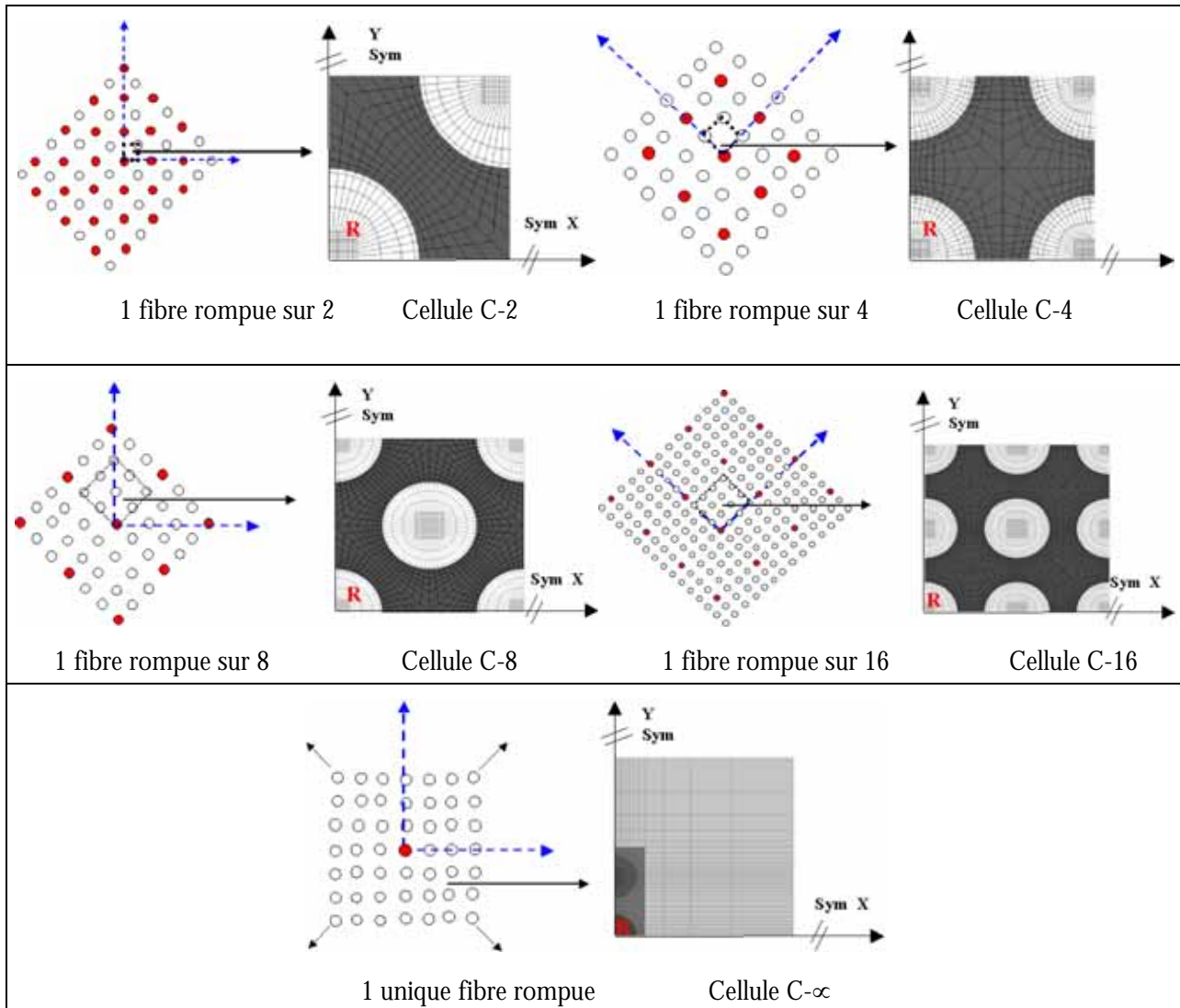


Figure 8.2 - Volumes Elémentaires Représentatifs de 5 états d'endommagement et géométries des Cellules Elémentaires Périodiques (R désignant la fibre rompue)

3.3. Les conditions aux limites appliquées aux cellules

L'état de contrainte macroscopique que nous souhaitons modéliser est un champ uniaxial d'intensité constante au cours du temps, une fois la mise en charge faite : on décrit ainsi une sollicitation de fluage. Le caractère symétrique du problème en terme de géométrie et de sollicitation nous permet de ne considérer qu'un quart de cellule (Figure 8.3).

Les conditions aux limites modélisant la sollicitation du V.E.R. doivent rendre compte du fait qu'il se trouve dans les conditions réelles de sollicitation du matériau et qu'il possède une microstructure périodique.

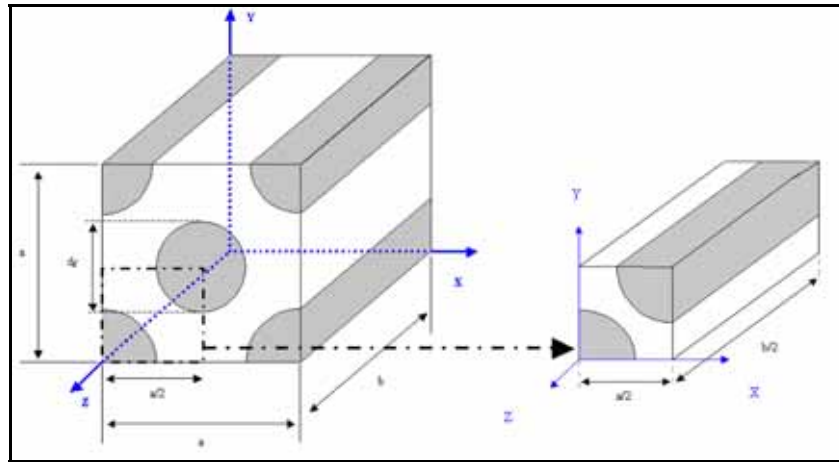


Figure 8.3 - Passage de la cellule entière au quart de cellule

Donc, les conditions aux limites sur le quart de cellule, (u_x , u_y , u_z) définissant les composantes de déplacement d'un point du maillage, sont (Figure 8.4) :

- $u_x = 0$ pour les nœuds du plan $x = 0$: ces conditions modélisent la symétrie géométrique par rapport au plan $x = 0$;
- $u_y = 0$ pour les nœuds du plan $y = 0$: ces conditions modélisent la symétrie géométrique par rapport au plan $y = 0$;
- $u_z = 0$ pour les nœuds du plan $z = 0$ sauf ceux appartenant à la fibre pour lesquels on impose des conditions de bords libres (densité surfacique d'effort nulle) : ces conditions modélisent ainsi la symétrie géométrique par rapport au plan $z = 0$ et la rupture de la fibre. Nous verrons qu'une discussion sur ce dernier point amènera la nécessité de modifier certaines conclusions de travaux menés jusqu'à présent ;
- les nœuds du plan $x = a/2$ ont tous le même déplacement, les nœuds du plan $y = a/2$ ont tous le même déplacement ainsi que les nœuds du plan $z = b/2$. Ces conditions modélisent le caractère périodique du champ de déformations mésoscopique (induit par le caractère périodique de la microstructure) ;
- une force $F\bar{z}$ appliquée sur un nœud du plan $z = b/2$ simule le champ de contrainte uniaxial macroscopique.

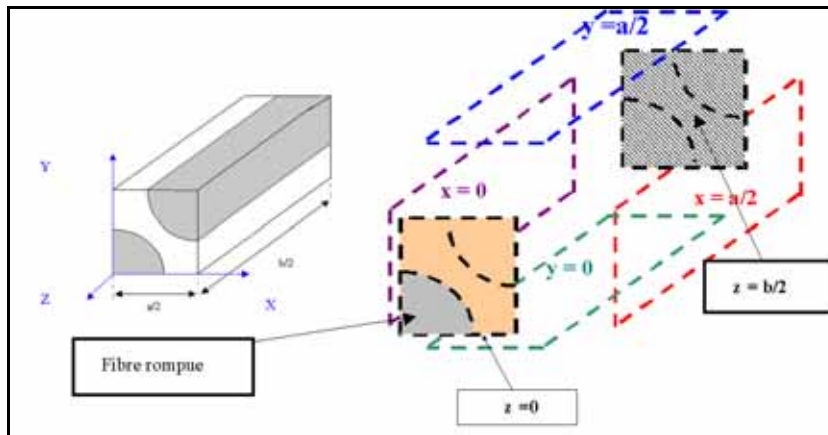


Figure 8.4 - Illustrations des conditions aux limites sur la cellule C-2

3.4. Modélisation du taux de fibres

La modélisation du taux de fibres est rendue possible en jouant sur le diamètre relatif d_f (Figure 8.3) des fibres des différentes cellules sans modifier le volume de la cellule.

3.5. Modélisation de la décohésion à l'interface fibre rompue-matrice

La décohésion est modélisée par un dédoublement des nœuds frontières communs à la matrice et à la fibre rompue (Figure 8.5). La progression de la décohésion est simulée par un calcul à chaque état de décohésion (la longueur de décohésion à chaque calcul est prise de plus en plus grande). Nous allons voir que l'influence de cette longueur sur le coefficient de transfert de charge est très importante et de ce fait que la modélisation réaliste du phénomène physique de rupture de fibre doit être pensée très soigneusement avant de tirer des conclusions.

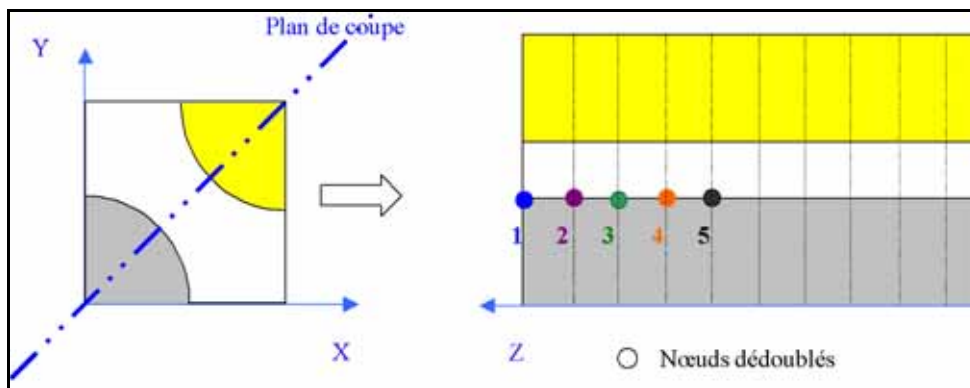


Figure 8.5 - Modélisation d'une décohésion

4. Etude de convergence des calculs

La description des différentes cellules étant faite, il convient d'apporter quelques précisions quant aux problèmes associés à la convergence des calculs.

Procéder à un examen de la validité des solutions numériques obtenues, en fonction de la discrétisation spatiale et temporelle est indispensable.

Tout d'abord, précisons que les éléments finis utilisés sont des parallélépipèdes linéaires (donc à 8 nœuds) avec 8 points de Gauss (éléments C3D8). Pour examiner la convergence spatiale, nous avons utilisé différents maillages (Figure 8.6) avec des taux de raffinements distincts pour lesquels les calculs sont

réalisés avec des constituants ayant un comportement élastique linéaire, homogène et isotrope. La première étape de cette analyse du raffinement du maillage a été de déterminer sa finesse optimale dans la section droite permettant de rendre compte du phénomène de transfert de charge à l'interface fibre/matrice. Pour cela, nous avons suivi l'évolution des contraintes de cisaillement normales et tangentielles à la frontière fibre/matrice pour 4 maillages différents. La finesse de chacun des maillages est donnée par le nombre de nœuds sur le secteur angulaire de 90° , à l'interface fibre/matrice. Le premier maillage comprend 9 nœuds, le second 17 nœuds, le troisième 65 nœuds et le quatrième 97 nœuds. Nous observons (Figure 8.7) que la solution est stabilisée pour le second maillage. Par conséquent, nous avons fait le choix de poursuivre les calculs avec ce raffinement de maillage dans la section. La seconde étape de l'analyse du raffinement est de déterminer sa finesse dans le sens de la longueur des fibres (axe z). Pour cela, nous avons suivi le profil de la moyenne de la contrainte axiale dans la fibre non rompue calculée dans un volume de fibre défini par la section droite et une longueur égale à celle d'un élément (Figure 8.8), et ceci pour 4 maillages ayant la même longueur d'extrusion mais avec un nombre croissant d'éléments suivant l'axe z. Le premier maillage contient 5 éléments, le second 10, le troisième 15 et le quatrième 20. Nous pouvons constater que le calcul est stable à partir d'un élément par unité de longueur (Figure 8.8), soit à partir du second raffinement. Concrètement, dans la direction z, la taille du maillage varie d'un demi-diamètre de fibre pour l'élément en contact du plan de rupture à un diamètre de fibre pour tous les autres éléments.

Ainsi pour l'ensemble des cellules représentatives des cinq états d'endommagement du composite, nous utiliserons un raffinement strictement équivalent par application d'une discrétisation proportionnelle à la taille de la cellule modélisée.

Enfin, signalons que nous avons également étudié l'influence de la longueur des éléments qui modélisent la décohésion. Les conclusions sont présentées au fur et à mesure des différents calculs.

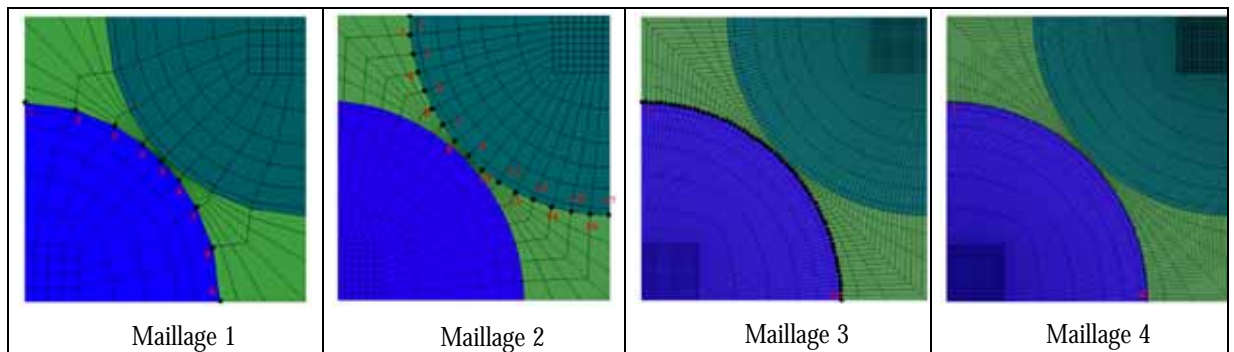


Figure 8.6 - Raffinement du maillage dans la section droite

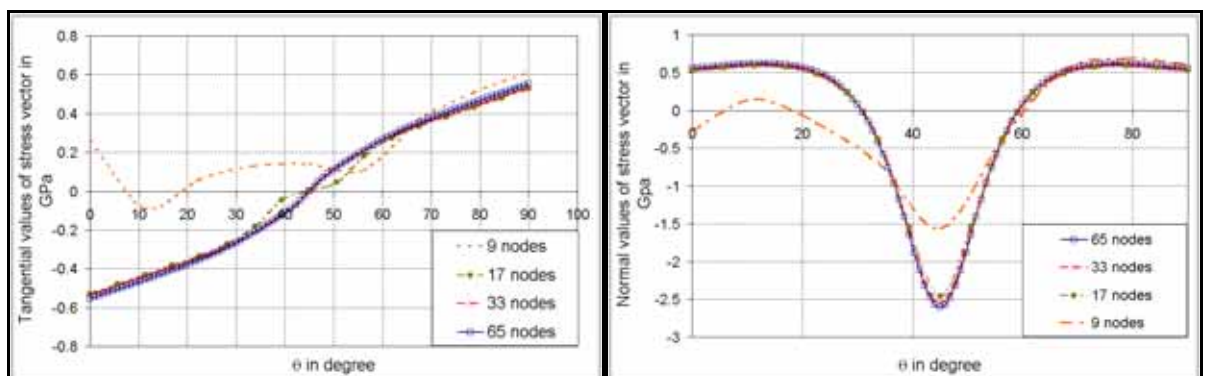


Figure 8.7 - Contraintes tangentielles et normales à l'interface fibre/matrice pour différentes discrétisations angulaires de la section droite

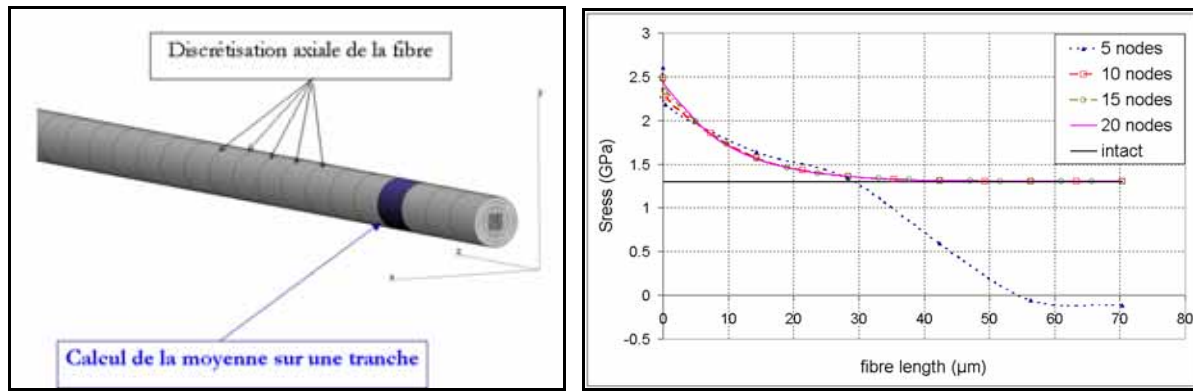


Figure 8.8 - Moyenne de la contrainte axiale dans la fibre pour différentes discrétisations axiales

5. Modélisation du comportement de la matrice époxy

Nous avons choisi de modéliser le comportement de la matrice par trois comportements distincts.

Le premier, le plus simple, consiste à estimer que la matrice est élastique linéaire et homogène isotrope.

Le second consiste à estimer que la matrice présente un caractère visqueux. Dans la littérature, il existe de nombreux modèles permettant de décrire ce type de comportement mais aucun ne s'avère réellement satisfaisant. C'est pourquoi, au regard de la complexité du modèle par rapport à la finesse des résultats recherchés, nous avons choisi un modèle viscoélastique linéaire. Cette démarche a pour but de nous donner les moyens d'approcher le comportement de la matrice au sein du composite même si nous savons que ce comportement est sans doute très différent [11, 17]. Ce choix permet d'inclure la notion de temps dans ce comportement et ainsi de permettre une première explication des phénomènes de ruptures différées. Le modèle viscoélastique linéaire choisi, qui correspond dans le cas unidimensionnel au modèle dit de Zener solide, est écrit sous la forme :

$$\dot{\sigma} + \gamma\sigma = C_0 \dot{\varepsilon} + \gamma C_\infty \varepsilon$$

où γ est appelé tenseur de relaxation, C_0 tenseur de rigidité initiale, C_∞ tenseur de rigidité à l'infini. Les tenseurs C_0 , C_∞ et γ qui ont des structures de tenseurs isotropes, se construisent respectivement à partir d'un module E_0 et d'un coefficient ν_0 , d'un module E_∞ et d'un coefficient ν_∞ et d'un module $1/\tau$ et d'un coefficient ν_τ où τ correspond à un temps de relaxation.

Le troisième comportement envisagé peut être vu comme un cas limite du comportement viscoélastique où les composantes des tenseurs de relaxations sont grandes : c'est le comportement élasto-plastique. On choisit ici le modèle élasto-plastique de Prager (écrouissage cinématique linéaire), où C est le module d'écrouissage et R_0 la limite d'élasticité.

L'identification de ces 3 comportements a été faite sur des essais de traction uniaxiale quasi-statique, de fluage et de charge/décharge, où les échantillons testés sont des éprouvettes massiques de résine époxy.

A partir des essais de fluage sur éprouvettes de résine, nous avons tenté d'identifier les 3 tenseurs de la loi viscoélastique. Or, nous avons constaté que nous n'étions pas en mesure de lisser correctement les courbes expérimentales avec un seul jeu de tenseurs. Par contre, nous pouvons définir un jeu de tenseurs qui lisse les temps courts et un qui lisse les temps longs. L'essentiel des résultats sera présenté pour les temps courts. Seule une configuration particulière (C-8 avec un taux de fibre de 40 %) sera présentée aussi pour les temps longs. L'ensemble des coefficients identifiés se trouve dans le Tableau 8.1. Enfin, signalons que l'intégration de cette loi est réalisée par une méthode de Runge-Kutta avec correction automatique du pas de temps. La convergence temporelle du calcul est donc assurée.

Il est parfaitement clair et déjà signalé que ces types d'essais ne permettent pas de rendre compte très fidèlement du comportement de la résine au sein du composite. Toutefois, ils sont suffisants pour appréhender et expliquer l'essentiel des phénomènes. C'est pourquoi, par la suite, au regard des résultats, il sera possible d'envisager de complexifier le modèle pour rendre compte de phénomènes plus fins en vue d'obtenir des résultats quantitativement plus fins.

Fibre de carbone	E = 227 GPa		ν = 0.30	
Matrice	E = 3 GPa		ν = 0.40	
Composite	E ₁₁ = 138 GPa	E ₂₂ = 18.9 GPa	ν ₁₂ = 0.36	ν ₂₃ = 0.33
Identification pour les temps courts (0s < temps < 10000s)	E ₀ = 3.2 GPa	E _∞ = 2.95 GPa	τ = 1500 s	
	ν ₀ = 0.40	ν _∞ = 0.40	ν _τ = - 0.65	
Identification pour les temps long (10000s < temps < 200000s)	E ₀ = 2.85 GPa	E _∞ = 2.39 GPa	τ = 165000 s	
	ν ₀ = 0.40	ν _∞ = 0.40	ν _τ = - 0.65	
Matrice Plastique	C = 2200 MPa	R ₀ = 45 MPa		

Tableau 8.1 - Paramètres matériaux de la fibre et de la matrice

6. Les grandeurs calculées

A ce stade, rappelons que le but de ces calculs est de simuler une rupture de fibre et d'observer entre autres, l'évolution du champ des contraintes dans les fibres voisines en fonction du temps, en fonction de la distance par rapport au plan de rupture et en fonction d'un état de décohésion plus ou moins important. Pour quantifier plus précisément cette évolution, on cherche à évaluer la variation de la charge supportée par les fibres voisines de la fibre rompue. On définit pour cela un coefficient qu'on appelle coefficient de transfert de charge obtenu par la moyenne de la contrainte axiale dans la fibre considérée, calculée entre deux sections droites consécutives du maillage (Figure 8.8), rapportée à la même valeur prise dans la configuration non rompue :

$$k_r(t, Z) = \frac{\int_{z_i}^{z_{i+1}} \sigma_{zz}(t, z) dz}{\int_{z_i}^{z_{i+1}} \sigma_{zz}^0(t, z) dz} \quad \text{avec } Z = \frac{(z_{i+1} + z_i)}{2}$$

- t est le temps après rupture d'une fibre ;
- Z est la valeur de l'abscisse par rapport au plan de rupture (z₀ = 0) ;
- σ_{zz} est la contrainte axiale dans la fibre ;
- σ_{zz}⁰ est la contrainte axiale dans la fibre du matériau sain ;
- z_{i+1}, z_i sont les abscisses des sections droites entre lesquelles sont calculées les moyennes.

On évalue, également, une grandeur usuellement calculée qui est la longueur, notée L_c , appelée longueur inefficace de la fibre rompue. Elle est définie comme étant deux fois la longueur comprise entre l'abscisse z_0 et la valeur Z_c de Z pour laquelle le coefficient de transfert de charge dans la fibre rompue est égal à 0,9 :

$$l_c = 2(Z_c - z_0) \quad \text{avec } Z_c \text{ tel que } k_r(t, Z_c) = 0.9$$

Evidemment, si les comportements des constituants sont élastiques, la dépendance par rapport au temps disparaît.

Qu'il existe ou non une décohésion à l'interface fibre rompue/matrice, la définition donnée pour le coefficient k_r reste valable. Toutefois, afin de dissocier quantitativement sur le coefficient k_r , l'effet de reprise de charge dû à la rupture de fibre de celui dû à la décohésion, on pose :

- $K_r = k_r$ lorsque le phénomène de décohésion est absent ;
- $K_r' = k_r$ lorsque le phénomène de décohésion est présent et $K_r' = K_r + K_r^d$ où K_r^d définit ce que l'on pourrait appeler un second coefficient de transfert de charge et permet de visualiser l'effet exclusif de la décohésion.

De la même manière, on note :

- $L_c = l_c$ lorsque le phénomène de décohésion est absent ;
- $L_c' = l_c$ lorsque le phénomène de décohésion est présent.

Les grandeurs définies vont être évaluées dans les différentes configurations suivantes :

- Configuration 1 : la cellule C- ∞ est prise avec des constituants élastiques linéaires homogènes isotropes (Tableau 8.1) et nous faisons évoluer la longueur de décohésion entre une longueur nulle et une longueur donnée (§ 3.5). Si les résultats ne sont pas réellement originaux pour une longueur de décohésion nulle, ils permettent de valider la méthode par rapport aux résultats de la littérature. En revanche, pour une longueur de décohésion non nulle, ils nous permettent de vérifier si les conclusions avancées par d'autres travaux sont à corriger ;
- Configuration 2 : les différentes cellules modélisant un endommagement croissant du composite (C-32, ... , C-2) sont prises avec des constituants élastiques linéaires homogènes isotropes (Tableau 8.1), et là encore nous faisons évoluer la longueur de décohésion entre une longueur nulle et une longueur donnée ;
- Configuration 3 : les deux configurations précédentes sont reprises avec une matrice viscoélastique linéaire homogène isotrope. Signalons que le taux de fibres est fixé à 40 % pour l'ensemble des cellules afin d'exacerber l'influence de la viscosité sur le report de charge ;
- Configuration 4 : reprise de la configuration 2 avec une matrice élasto-plastique où nous analyserons plus particulièrement l'effet de charge/décharge sur le transfert de charge.

7. Résultats et Discussions

7.1. Configuration 1 : cellule $C-\infty$ et comportement élastique

L'ensemble des calculs est mené sur la cellule $C-\infty$ (cellule modélisant la rupture d'une unique fibre) où les constituants sont pris élastiques linéaires homogènes et isotropes. Pour valider notre démarche, les paramètres d'analyses calculés (k_r , l) sont comparés aux résultats d'autres études reconnues [3, 4, 10, 12, 18]. L'épaisseur de composite homogène prise autour des fibres modélisées est de 6 diamètres de fibre (Figure 8.2).

7.1.1. Cas de la rupture sans décohésion

La Figure 8.9 représente l'évolution du coefficient de transfert de charge en fonction du taux de fibres. Nous constatons, comme l'on fait Nedele et Wisnom [10] qu'une augmentation du taux de fibres, diminuant la distance inter-fibre, induit l'augmentation de K_r . Ainsi, si nous regardons l'évolution du coefficient dans le plan de rupture de la fibre, il vaut respectivement 1,088, 1,084, 1,083 et 1,082 pour un taux de 77 %, 58 %, 40 % et de 20 %. Ces valeurs comparées aux valeurs déterminées par Nedele et Wisnom [10] (Tableau 8.2) pour une distribution hexagonale de fibres, nous indiquent que l'ordre de grandeur de notre évaluation est correct. La différence constatée est due à l'utilisation d'une distribution carrée de fibres plutôt qu'hexagonale. En effet, pour une distribution carrée, les premières fibres voisines équidistantes de la fibre rompue sont au nombre de quatre alors que pour une distribution hexagonale, elles sont au nombre de six. L'accroissement de charge est donc transféré à un nombre moindre de fibres, K_r est donc supérieur pour la distribution carrée. Une manière plus explicite de vérifier cette affirmation est de calculer pour les deux cellules et pour un même taux de fibres, l'écart avec un coefficient analytique de référence. Nous avons choisi de ne considérer pour le calcul de ce coefficient que les fibres adjacentes à la fibre rompue. Le coefficient analytique calculé prend la forme :

$$K_{r \text{ analytique}} = \frac{1+f}{f}$$

où f représente le nombre de fibres intactes adjacentes. Pour une distribution carrée de fibres (4 fibres adjacentes) $K_{r \text{ analytique}} = 1,25$ et pour une distribution hexagonale (6 fibres adjacentes) $K_{r \text{ analytique}} = 1,167$. Ces coefficients représentent en fait la limite supérieure maximale transmise aux fibres adjacentes dans le cas d'une unique fibre rompue. L'écart trouvé avec ces coefficients pour un taux de fibres de 58 % et de 77 % est d'environ 13 % et 10,7 % pour notre estimation et de 10,3 % et 9 % avec celle de Nedele et Wisnom. Par conséquent, notre évaluation du coefficient de transfert de charge pour une distribution carrée est cohérente.

A ce titre, signalons que les valeurs de K_r pour les deux distributions, obtenues par Landis [12, 18], nous semblent surprenantes. En effet, son évaluation est inférieure à la notre, alors que pour une distribution hexagonale de fibres son évaluation était supérieure. Enfin signalons que notre évaluation se situe bien en-deçà des évaluations du type Shear-Lag 2D et 3D de Hedgepeth [3, 4] du fait de l'hypothèse que la matrice ne supporte pas de charges axiales (Tableau 8.2) et donc que nous obtenons une représentation quantitative réaliste du transfert de charge.

Modèles	Distribution carrée des fibres	Distribution hexagonale des fibres
Hedgepeth Shear-Lag 2D	1.333	1.333
Hedgepeth et Van Dyke Shear-Lag 3D	1.146	1.104
Nedele et Wisnom		1.058 (V_f 60%) 1.07 (V_f 80%)
Landis	1.081 (V_f 60%)	1.085 (V_f 60%)
Notre modélisation	1.075 (V_f 40%)	
	1.079 (V_f 60%)	
	1.084 (V_f 77%)	

Tableau 8.2 - Coefficients K_r obtenus par différentes méthodes dans la fibre adjacente à la fibre rompue

Par ailleurs, nous pouvons déduire, conformément à la définition que nous avons adoptée (§ - 6), la longueur inefficace L_c pour les différents taux de fibres. Pour l'ensemble de nos calculs, nous constatons de la même manière que Van den Heuvel [19, 20] que la longueur L_c diminue proportionnellement avec l'augmentation du taux de fibres (Figure 8.10). La longueur L_c passe respectivement d'une longueur de 40 μm , à 80 μm , à 92 μm et à 110 μm pour des taux de fibres respectifs de 77 %, 58 %, 40 % et 20 %. A titre indicatif, Nedele et Wisnom [10] déterminent une longueur inefficace variant de 36 μm à 100 μm suivant le taux de fibres, ce qui renforce la validité de notre modélisation.

Ces calculs, réalisés dans le cas de la rupture sans décohésion à l'interface fibre/matrice, ont permis de caler nos résultats sur ceux de la littérature et de démontrer la validité de la démarche adoptée. Cependant, il semble abusif de considérer que même les composites conçus avec une excellente adhésion fibre/matrice ne présentent pas une décohésion de quelques micromètres le long de l'interface fibre rompue/matrice, due à la brutalité de l'énergie libérée lors de la rupture. C'est donc ce que nous allons aborder maintenant, et plus précisément déterminer quelle est l'influence d'une décohésion sur les quantités K_r et L_c .

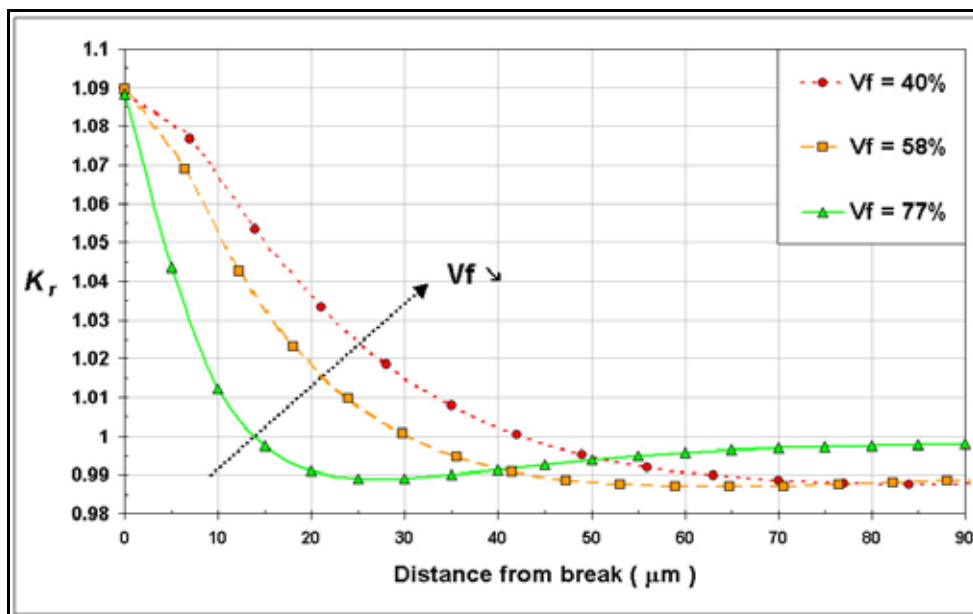


Figure 8.9 - Coefficient K_r dans la fibre adjacente à la fibre rompue en fonction du taux de fibres

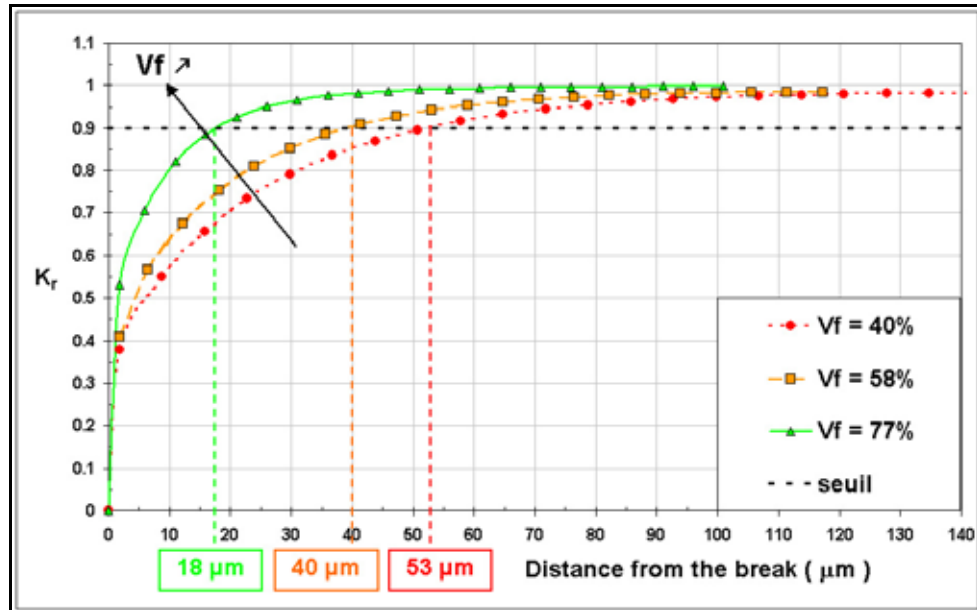


Figure 8.10 - Longueur inefficace de la fibre rompue en fonction du taux de fibres

7.1.2. Cas de la rupture avec décohésion

Nous avons utilisé ici un taux de fibres de 40 % et introduit une longueur de décohésion, noté L_d , allant de $3,5 \mu\text{m}$ à $35 \mu\text{m}$ par pas de $3,5 \mu\text{m}$ suivant le procédé de dédoublement de nœuds présenté au paragraphe 4.5. Nous rappelons que les phénomènes de friction pouvant se produire aux contacts de deux surfaces libres sont négligés et qu'au-delà de la zone de décohésion, l'adhésion fibre/matrice est parfaite. La Figure 8.11 présente l'évolution du coefficient de transfert de charge à la fois dans la fibre intacte et dans la fibre rompue, en fonction de la longueur de décohésion.

On observe (Figure 8.11b) tout d'abord que pour une longueur de décohésion L_d supérieure à $14 \mu\text{m}$, le coefficient de transfert de charge diminue alors que la longueur de décohésion augmente. On observe ensuite une reprise de charge de la fibre rompue similaire à celle constatée pour une décohésion nulle. On peut, suite à cela, évaluer la longueur inefficace L_c' (pour les fibres rompues) et constater qu'elle est en fait la somme de la longueur inefficace L_c et de la longueur de décohésion L_d : $L_c' = L_c + L_d$. En effet, si nous traçons l'évolution du coefficient K_r^d (Figure 8.11d) dans la fibre rompue pour les différentes longueurs de décohésion, nous observons qu'elle tend vers la valeur -1 .

La décohésion perturbe la redistribution des charges sur les fibres voisines intactes. Dans la zone de décohésion, la quantité de matrice présente entre les fibres permet d'assurer un certain transfert de charge ce qui explique que le coefficient K_r est inférieur à 1,25 (pour un taux de 40 % de fibres).

Ensuite, nous observons (Figure 8.11a) avec l'augmentation de la longueur de décohésion, l'apparition d'un phénomène d'augmentation du transfert de charge, localisé à la transition de la décohésion et de la zone de parfaite adhésion. Ce phénomène est observé par microscopie Raman et par simulation numérique par Van den Heuvel et al. [19, 20, 21].

L'évolution du coefficient K_r^d (Figure 8.11c), représentant la partie imputable du transfert de charge au phénomène de décohésion, montre effectivement avec la croissance de la longueur de décohésion, une diminution du coefficient de transfert de charge dans le plan de rupture et le déplacement de son maximum avec le déplacement de la zone de recouvrance de l'adhésion parfaite [11, 19] (§ - 6).

A la vue de ces courbes, il est vraisemblable qu'avec l'augmentation de la longueur de décohésion, le coefficient K_r dans le plan de rupture finisse par être inférieur au coefficient K_r . Ce phénomène s'explique par l'éloignement de la zone de recouvrance de l'adhésion parfaite. Ces observations confirment les

résultats de Van den Heuvel à la différence que K_r' devient inférieur à K_r pour L^d supérieure à 50 μm . Cette différence s'explique par la non prise en compte d'un coefficient de friction. En effet, l'introduction d'une force de friction dans la zone de décohésion, à l'interface de la fibre rompue/matrice entraîne une diminution du maximum de K_r' .

Ces calculs, modélisant la rupture avec décohésion à l'interface fibre rompue/matrice ont montré conformément à ce qui est rencontré dans la littérature :

- la décroissance de K_r' avec l'augmentation de la longueur de décohésion ;
- une reprise de charge de la fibre rompue identique à celle observée sans décohésion mais translatée de la longueur de décohésion introduite par rapport au plan de rupture ;
- la présence d'une augmentation du transfert de charge localisé dans la zone de reprise de l'adhésion parfaite fibre rompue/matrice,

mais ont révélé une différence fondamentale avec ces mêmes études lorsque cette longueur de décohésion est faible : le coefficient de transfert de charge est supérieur à celui obtenu sans décohésion. En conséquence, les études cherchant à évaluer la rupture uniaxiale d'un composite unidirectionnel en utilisant le concept de transfert de charge vers les fibres intactes voisines d'une fibre rompue sous-estiment la probabilité de rupture.

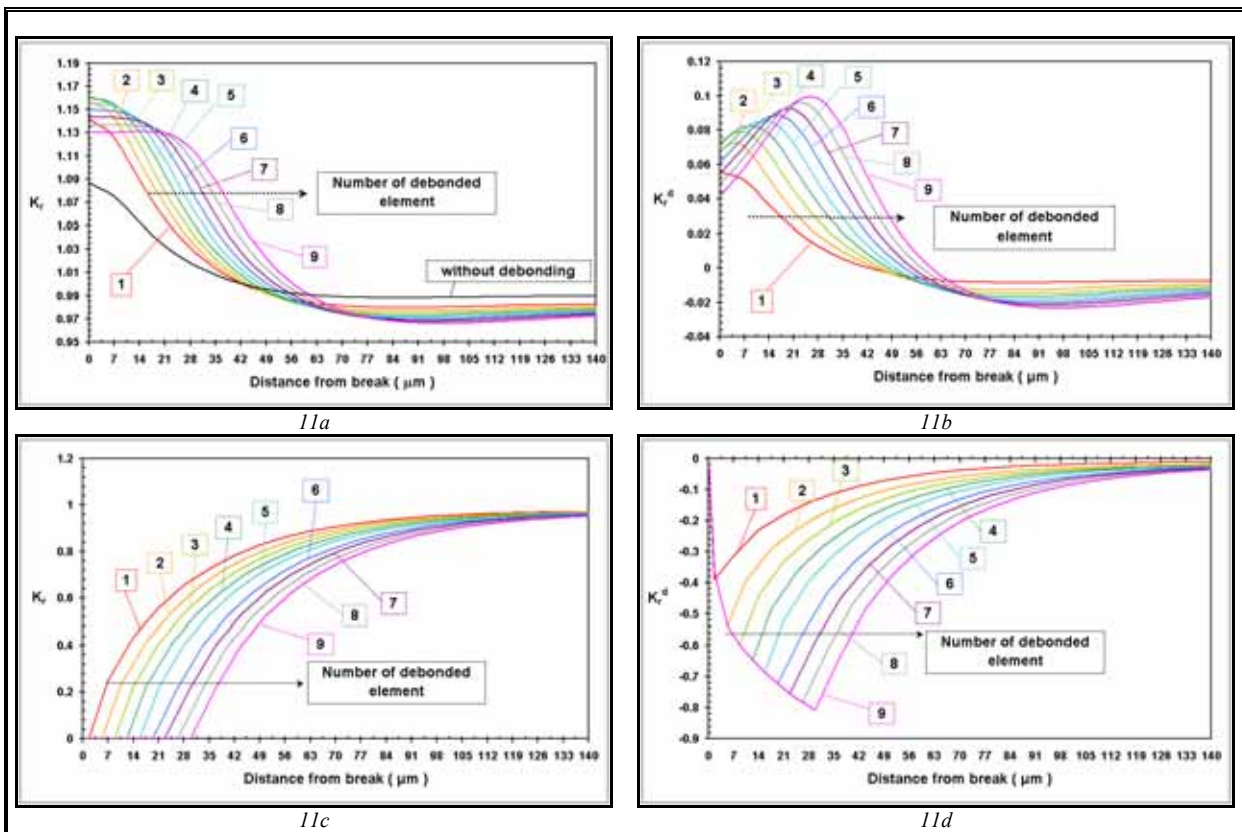


Figure 8.11 - Evaluation du coefficient K_r' dans la fibre voisine de la fibre rompue en fonction de la longueur de décohésion à l'interface fibre rompue/matrice

7.1.3. Conclusion sur la configuration 1

En conclusion, les calculs menés sur la cellule $C-\infty$ qui modélisent une unique fibre rompue, nous ont permis de valider nos hypothèses de calcul (conditions aux limites notamment). Nous avons déterminé avec précision le transfert de charge au travers des différents paramètres d'analyse et surtout vérifié que l'existence quasi certaine d'une décohésion, même d'une faible longueur, au voisinage de la rupture d'une fibre, amène à envisager la modélisation de ce phénomène avec plus de précaution. Fort de cette analyse, nous allons maintenant envisager les différents cas d'endommagement (cellules C-2, ... , C-16) avec ou sans décohésion et analyser leur influence sur le transfert de charge.

Enfin, il convient d'apporter un élément de précision important concernant cette investigation qui vient d'être faite sur la cellule $C-\infty$, et qui part d'un constat (fait dans le cas de l'existence ou non de décohésion) : la valeur de k_r passe sous la valeur 1. Or, ce fait semble, du point de vue physique, difficilement compréhensible et trouve plutôt sa raison dans le principe même de la schématisation de l'état d'endommagement considéré, c'est-à-dire la méthode self-consistent. Pour valider cette affirmation, signalons que ce phénomène disparaît avec l'emploi d'une modélisation de type périodique, c'est-à-dire où les états d'endommagement sont schématisés par les cellules périodiques C-2, ... , C-16.

En conséquence de quoi, il convient de ne pas s'attendre à ce que les courbes obtenues à l'aide des calculs menés sur les cellules C-2, ... , C-16 (configurations 2 et 3) convergent (a fortiori, convergent uniformément) vers les courbes obtenues à l'aide des calculs menés sur la cellule $C-\infty$.

Ainsi, il faut préciser préalablement que l'investigation menée sur la cellule $C-\infty$ ne doit avoir pour rôle que de donner des ordres de grandeurs et non pas, de fournir des valeurs vers lesquelles doivent forcément tendre celles obtenues avec les calculs menés sur les cellules périodiques C-2, ... , C-16.

7.2. Configuration 2 : cellules endommagées et comportement élastique

Ici, chacune des cellules modélisant un endommagement croissant du composite (C-16, ... , C-2) est considérée avec des constituants ayant un comportement élastique linéaire homogène isotrope (Tableau 8.1). Pour chacune des cellules, les paramètres d'analyses (k_r et l_d) sont calculés et comparés, pour la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue, à ceux de la cellule $C-\infty$. L'analyse est réalisée pour un unique taux de fibre fixé à 40 %. Ensuite, la même analyse est faite pour toutes les fibres adjacentes de la fibre rompue. Enfin, l'analyse est complétée par l'étude de l'influence du taux de fibre sur le transfert de charge, uniquement sur la cellule C-8.

7.2.1. Cas de la rupture sans décohésion

La figure 12 représente l'évolution du coefficient de transfert de charge dans la fibre plus proche voisine de la fibre rompue en fonction du taux d'endommagement. Tout d'abord, il faut noter que la nature périodique de la modélisation employée ici entraîne la suppression du phénomène de chute de K_r dans cette fibre en dessous du K_r nominal ($K_r = 1$ calculé pour la cellule saine). La raison tient à la nature différente de la modélisation entre les cellules C-2, ... , C-16 et $C-\infty$. En effet, de par les conditions aux limites, le matériau homogène orthotrope équivalent de la cellule $C-\infty$ a une répartition des déformations différente du matériau réel hétérogène où la déformation totale est redistribuée sur chacune des hétérogénéités.

On constate (Figure 8.12a) ensuite une augmentation du maximum de K_r dans le plan de la rupture, lorsque l'endommagement augmente. Ainsi, si nous regardons l'évolution de ce coefficient en fonction du taux d'endommagement, il vaut respectivement 1,407, 1,183, 1,089, 1,077 pour les cellules C-2, C-4, C-8,

C-16. Ces valeurs nous indiquent que les conditions de périodicité appliquées à chacune des cellules permettent l'interaction entre les sites de rupture qui modifie la redistribution des contraintes au sein des fibres intactes. A ce titre, remarquons que la valeur de K_r pour la fibre plus proche voisine de la fibre rompue pour la cellule C-16 est très proche de celle obtenue avec la cellule C- ∞ . Cette remarque laisse penser que cette cellule puisse définir la cellule caractéristique du V.E.R. garantissant encore une distribution aléatoire des ruptures de fibres au sein du composite. Cette hypothèse sera confirmée par la suite.

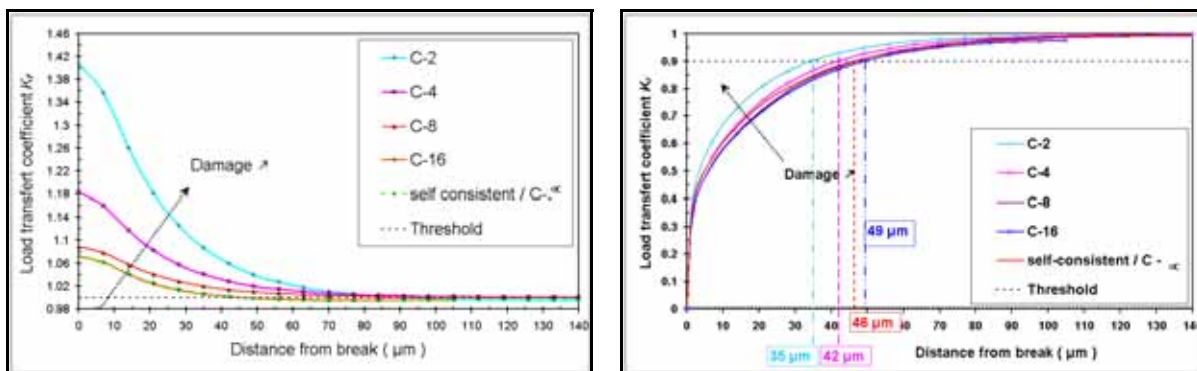
En ce qui concerne la grandeur L_c (Figure 8.12b), on constate que cette quantité augmente lorsque l'endommagement décroît pour atteindre la valeur limite de 98 μm (à titre indicatif, la valeur est de 92 μm pour la cellule C- ∞). Ainsi, à partir de la cellule C-8, la fibre rompue et la fibre plus proche voisine se retrouvent dans une configuration quasi-identique à celle modélisée par la cellule C- ∞ et à fortiori de la cellule C-16. Si nous calculons le coefficient de transfert de charge dans les autres fibres intactes, nous constatons effectivement (Tableau 8.3) :

- la diminution progressive de K_r en fonction de l'éloignement de la fibre rompue ;
- la diminution progressive de l'interaction avec les autres sites d'endommagement en fonction du nombre de fibres présentes au sein de la cellule.

Cependant, seule la cellule C-16 montre une réelle limitation de l'interaction entre les différents sites d'endommagement à la fibre commune aux quatre sites. La fibre plus proche voisine de la fibre rompue n'est soumise qu'à la surcharge engendrée par la rupture de la fibre. En effet, le coefficient K_r de la fibre 6 est supérieur à celui de la fibre 5 qui est pourtant physiquement plus proche de la fibre rompue (Tableau 8.3). Compte tenu des remarques faites précédemment, on peut estimer que la cellule C-16 définit bien la cellule caractéristique du V.E.R. autorisant encore une distribution aléatoire des ruptures de fibres au sein du composite.

La possibilité de déterminer une taille limitant la zone d'influence de la rupture valide l'hypothèse de localisation de l'endommagement (modèle L.L.S., Local Load Sharing), à savoir que la charge supportée par la fibre avant de rompre est effectivement répartie sur un nombre fini de fibres et non partagé de façon homogène sur l'ensemble des fibres du composite (modèle G.L.S., Global Load Sharing).

L'influence de la variation du taux de fibres évaluée à partir de la cellule C-8, confirme les résultats établis à l'aide de la cellule C- ∞ , à savoir l'augmentation de K_r et la diminution de L_c avec la diminution de la distance interfibre. Cependant, la différence entre les maximums respectifs de K_r pour les différents taux de fibres tend vers zéro (Figure 8.13).



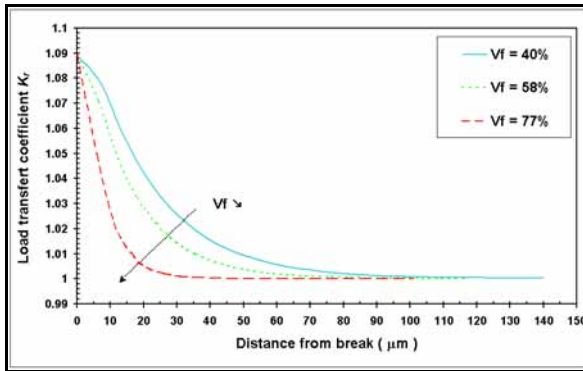
12a : K_r dans les fibres plus proche voisine de la fibre rompue

12b : K_r dans la fibre rompue et calcul de L_c

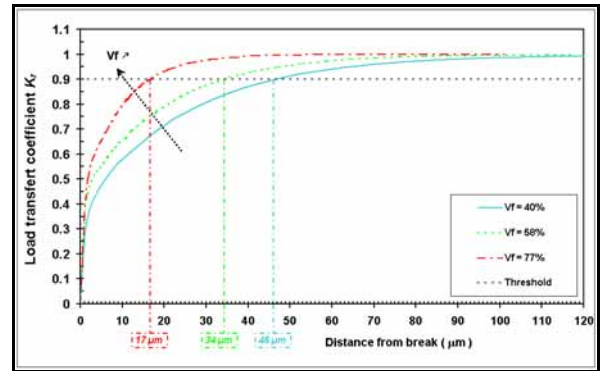
Figure 8.12 - K_r dans la fibre adjacente à la fibre rompue et dans la fibre rompue

fibres	C-16	C-8	C-4	C-2	C-∞
1	0	0	0	0	0
2	1.0774	1.0524	1.1833	1.4076	1.088
3	1.0228	1.0891	1.1072		
4	1.030	1.0375			
5	1.0166				
6	1.0189				
schémas					

Tableau 8.3 - Récapitulatif des valeurs des coefficients K_r dans le plan de rupture pour l'ensemble des cellules



13a



13b

Figure 8.13 - Variation de K_r (13a) et de la longueur inefficace L_c (13b) en fonction du taux de fibre pour la cellule C-8

Ces calculs réalisés sans décohésion à l'interface fibre rompue/matrice pour des cellules modélisant différents états d'endommagement du composite ont révélé que :

- le phénomène de chute de K_r dans la fibre plus proche voisine en dessous du K_r nominale ($K_r = 1$) est dû à l'introduction du matériau homogène orthotrope et d'une manière générale à la modélisation elle-même ;
- l'augmentation du K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de l'endommagement ;
- une taille minimum (1 fibre rompue sur 16) de site d'endommagement pour laquelle le transfert de charge n'est quasiment pas perturbé par les autres ruptures de fibres confirmant l'hypothèse de localisation du report de charge ;
- la variation du taux de fibres a les mêmes conséquences sur le transfert de charge que celles établies à partir de la cellule C-∞.

7.2.2. Cas de la rupture avec décohésion

Il s'agit ici d'évaluer les conséquences de la combinaison des phénomènes de rupture de fibres pour différents états d'endommagement et de la décohésion à l'interface fibre rompue/matrice.

Pour ce faire, et pour les trois cellules choisies (C-2, C-4, C-8) correspondant à trois niveaux d'endommagement distincts, le taux de fibres est fixé à 40 % et les constituants sont pris comme ayant un comportement élastique linéaire homogène isotrope. La longueur de décohésion L_d est introduite par pas croissant de 3,5 μm pour atteindre une longueur totale de 35 μm (ce qui correspond approximativement à 5 fois le diamètre d'une fibre). Les paramètres d'analyse sont toujours K_r' et L_c' . Ils sont comparés à ceux obtenus dans le cas de la rupture sans décohésion (K_r et L_d).

D'ores et déjà, nous pouvons tirer une première conclusion, indépendamment du niveau d'endommagement, en ce qui concerne la reprise de charge de la fibre rompue. En effet, quelle que soit la cellule considérée, la reprise de charge de la fibre rompue pour une longueur de décohésion L_d donnée est égale à celle dans le cas d'une rupture sans décohésion translatée d'une longueur (très voisine de) $L_d : L_c' \approx L_c + L_d$. Le coefficient K_r^d dans la fibre rompue tend vers la valeur extrême de (-1), atteinte pour une longueur L_d plus ou moins grande selon l'état d'endommagement du composite. Pour les fibres voisines intactes, nous procéderons à une analyse spécifique pour chaque cellule avant de dresser un bilan récapitulatif des phénomènes globaux ou spécifiques suivant la cellule.

Pour la cellule C-2 (Figure 8.14), le fait d'introduire une décohésion progressive entraîne, au niveau du plan de rupture, l'augmentation du coefficient K_r' jusqu'à une valeur limite de 1,92. Cette valeur est atteinte pour une longueur de décohésion de 21 μm . Pour une longueur de décohésion supérieure à 21 μm , nous n'observons pas le phénomène de décroissance du coefficient et la formation du pic dans le plan de reprise d'une adhésion parfaite comme observé pour la cellule C- ∞ : la fibre intacte se retrouve soumise à la surcharge maximale sur une longueur de fibre égale à L_d . En fait, on observe un phénomène de formation et d'extension progressive d'une zone que l'on peut qualifier de zone de saturation (définie comme étant une zone où k_r n'évolue quasiment plus). Dans le cas présent, pour $L_d > 21 \mu\text{m}$, K_r' est quasiment constant : il tend vers sa valeur maximale. L'observation de l'évolution de K_r^d (Figure 8.15) pour des longueurs de décohésion de 7, 21 et 35 μm permet d'expliquer les constatations dressées ci-dessus. En effet, les valeurs de K_r^d dans le plan de rupture sont égales pour $L_d > 21 \mu\text{m}$ et lorsque l'on se déplace le long de la fibre intacte pour $L_d > 21 \mu\text{m}$, nous observons un pic croissant en fonction L_d localisé dans le plan de recouvrance de l'adhésion parfaite entre la fibre rompue et la matrice. La combinaison de l'endommagement maximum (état E2 § 3.2) du composite et de la décohésion met en évidence l'importance de la reprise de charge jouée par la fibre rompue et par conséquent le rôle de la liaison fibre/matrice. Dans le cas de la rupture sans décohésion, malgré l'endommagement, le coefficient K_r n'est que de 1,41 alors qu'une décohésion de 3,5 μm provoque une augmentation brusque du coefficient à 1,70 (soit une augmentation de plus de 20 %).

Pour la cellule C-4 (Figure 8.14), contrairement à la cellule C-2, nous observons un phénomène de croissance puis de décroissance du coefficient K_r' avec l'augmentation de la longueur de décohésion et l'apparition d'un pic de recharge localisé dans le plan de recouvrance de l'adhésion parfaite entre la fibre rompue et la matrice. La formation d'un pic de recharge s'explique par le fait que, contrairement au cas de la cellule C-2, le coefficient K_r^d (Figure 8.15) de la fibre la plus proche voisine dans le plan de rupture passe par un maximum, atteint pour une longueur L_d d'environ 14 μm . Par conséquent, K_r^d décroît pour une longueur L_d plus importante. Ainsi, le maximum de K_r' dans la fibre la plus proche voisine est de 1,342, atteint pour une longueur de décohésion de 14 μm . Pour une longueur plus importante, le coefficient regardé dans le plan de rupture décroît progressivement mais demeure très largement supérieur à la valeur atteinte dans le cas de la rupture sans décohésion (supérieur de plus de 10 %). Pour la seconde fibre

intacte de la cellule, le coefficient K_r' passe de 1,107 à 1,29 pour une décohésion allant de 0 à 35 μm . Le point important ici est que nous constatons la tendance au resserrement des valeurs de K_r' pour les deux fibres intactes de la cellule (Figure 8.14). En effet, la différence entre les K_r' des deux fibres intactes passe de 7 % à 3 % entre le cas de la rupture sans et avec décohésion. Ce resserrement est dû à l'augmentation de K_r^d avec L_d (Figure 8.15) jusqu'à l'atteinte d'une valeur maximale. Compte tenu de l'écart conséquent entre les K_r^d de 17,5 à 35 μm (écart ≈ 23 %), cette valeur doit être obtenue pour une longueur de décohésion de l'ordre de la centaine de micromètre correspondant dans le plan de rupture à une équipartition du transfert de charge sur l'ensemble des fibres intactes. En fait, avec l'augmentation de la longueur de décohésion, nous observons un glissement progressif de la localisation de l'influence de la rupture (L.L.S.) vers une répartition uniforme (G.L.S.).

Pour la cellule C-8 (Figure 8.14) présente les mêmes phénomènes que sur la cellule C-4 : K_r' atteint son maximum (1,157) pour une longueur de décohésion de 14 μm et nous observons cette fois pour les trois fibres intactes de la cellule le même phénomène de resserrement des valeurs de K_r' avec l'augmentation de la longueur de décohésion. Ainsi pour une longueur de décohésion de 35 μm dans le plan de rupture, les coefficients prennent les valeurs 1,1459, 1,1266 et 1,1172 suivant l'éloignement de la fibre considérée par rapport à la fibre rompue. La Figure 8.15 confirme l'équipartition de la surcharge dans le plan de rupture sur l'ensemble des fibres intactes puisque le coefficient K_r^d est d'autant plus important que la fibre considérée est éloignée de la fibre rompue. En outre, compte tenu de l'écart entre les K_r^d de 17,5 à 35 μm (écart ≈ 39 %), la longueur de décohésion L_d nécessaire pour atteindre cet état d'équipartition est donc très largement supérieure à celle de la cellule C-4. Par conséquent, il va de soit qu'avec la diminution de l'état d'endommagement, la longueur de décohésion L_d nécessaire pour atteindre cet état d'équilibre tend invariablement vers l'infini et de ce fait vérifie l'hypothèse de localisation du report de charge.

Par ailleurs, si nous ne considérons que les fibres les plus proches voisines de la fibre rompue, alors la figure 8.14 (fibre 3) montre effectivement que l'état de contraintes est similaire à celui obtenu pour la cellule C- ∞ . Toutefois, si nous observons les coefficients calculés dans les autres fibres, il apparaît que l'influence de la rupture ne se limite pas simplement aux huit fibres intactes entourant la fibre rompue. Cette dernière remarque renforce le choix de la cellule C-16 comme étant représentative du V.E.R garantissant quasiment un état de contraintes similaire à celui observé dans le cas d'une unique fibre rompue. Toutefois, la taille trop importante des calculs ne nous a pas permis de valider cette proposition.

Signalons enfin que l'effet de saturation de K_r' à sa valeur maximale, constaté sur la cellule C-2, n'est pas observé sur les autres cellules en raison de l'état d'endommagement moins important. Toutefois, cet effet existe mais il tend vers une valeur inférieure à la valeur maximale.

Ces calculs, couplant les phénomènes de décohésion à l'interface fibre rompue/matrice et de répartition du nombre de ruptures de fibres ont montré :

- une reprise de charge de la fibre rompue indépendante de la configuration d'endommagement (C-2, ... , C-16) ;
- pour les cellules C-4 et C-8, les mêmes phénomènes observés sur la cellule C- ∞ : décroissance de K_r' et formation d'un pic dû à la reprise d'une adhésion parfaite entre la fibre rompue et la matrice ;
- un resserrement des K_r' dans les fibres intactes avec l'augmentation de la longueur de décohésion pour tendre dans l'absolu vers un état d'équipartition de la surcharge ;
- que la cellule C-16 est la cellule représentative garantissant quasiment un état de contrainte similaire à celui observé dans le cas d'une unique fibre rompue.

7.2.3. Conclusion sur la configuration 2

En conclusion, fort de l'enseignement acquis sur la cellule $C-\infty$, les calculs menés sur les cellules périodiques C-2, C-4, C-8 voire C-16 qui modélisent différents états d'endommagement du composite, nous ont permis de quantifier l'influence du taux de fibres rompues sur le transfert de charge. A ce titre, cette modélisation a confirmé l'hypothèse de localisation de l'endommagement en démontrant l'existence d'un état d'endommagement minimum pour lequel le report de charge de chaque cellule est indépendant l'un de l'autre.

Par ailleurs, l'adjonction du phénomène de décohésion entraîne effectivement une modification notable du transfert de charge mais surtout met en évidence, avec l'accroissement de l'état d'endommagement (passage de C-16 vers C-2) et la possibilité d'une propagation de la décohésion à l'interface fibre rompue/matrice, le passage progressif d'un effet local à un effet global de la rupture des fibres. Cet effet se traduit par la rupture de la structure (à l'échelle macroscopique).

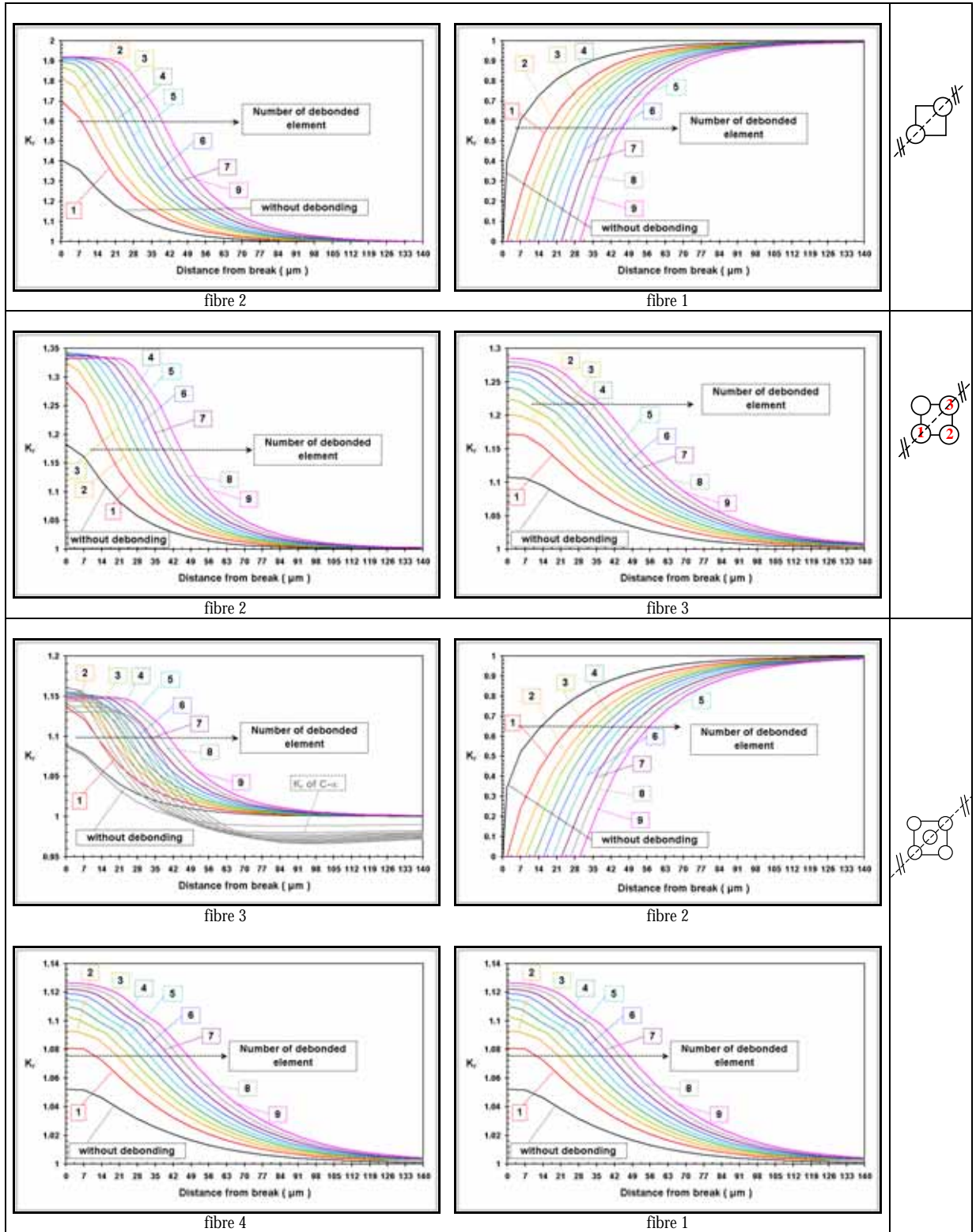


Figure 8.14 - Coefficient K_r' dans les différentes fibres en fonction de la longueur de décohésion à l'interface fibre rompue/matrice pour les cellules C-2, C-4 et C-8

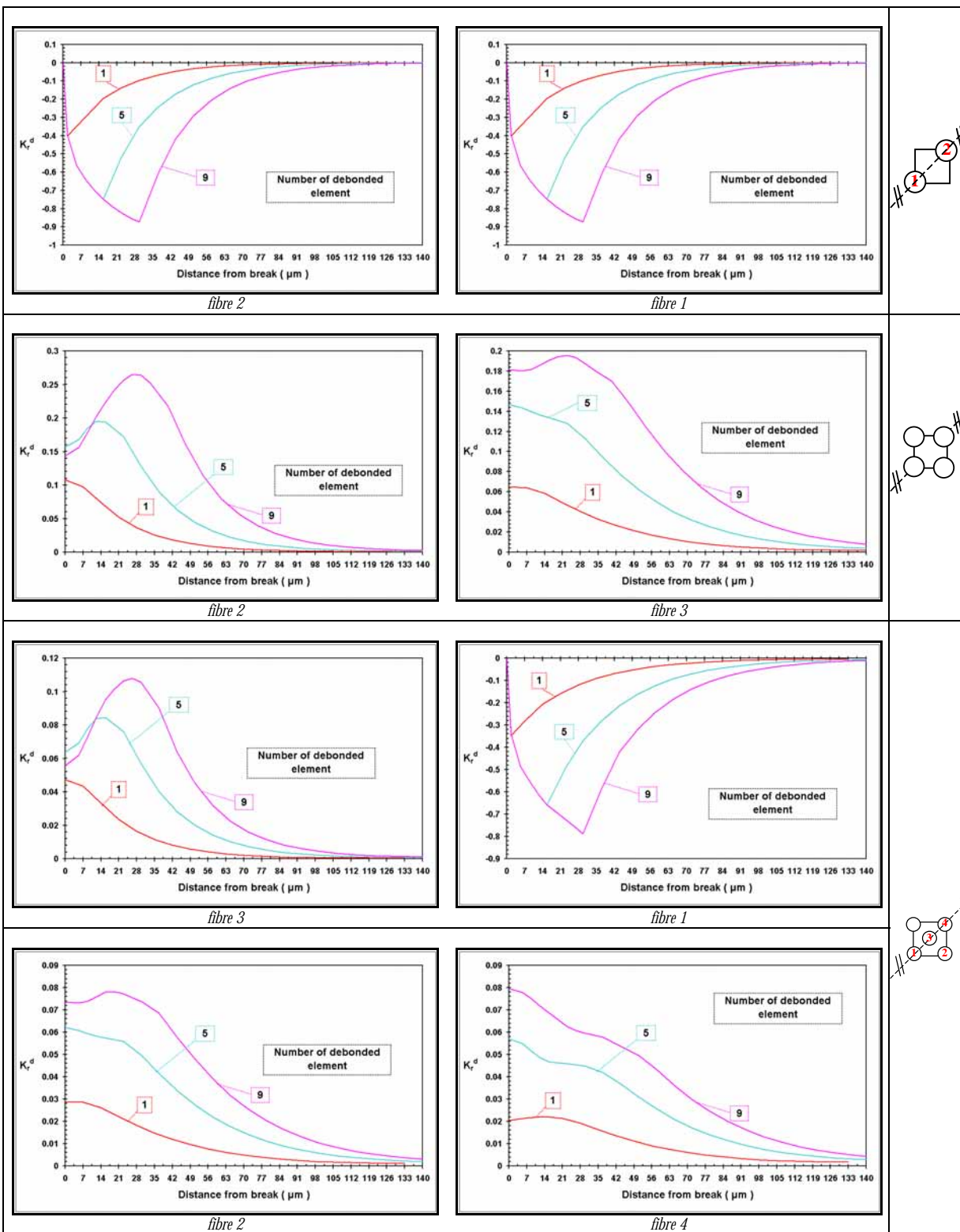


Figure 8.15 - Coefficient K_r^d dans les différentes fibres en fonction de la longueur de décohésion à l'interface fibre rompue/matrice pour les cellules C-2, C-4, C-8

7.3. Configuration 3 : cellules endommagées et comportement viscoélastique

Compte tenu de l'enseignement acquis au cours des investigations pour les configurations 1 et 2 où la matrice est considérée élastique linéaire, nous pouvons maintenant aborder l'étude de l'influence, sur k_r et l_c , de la viscosité de la matrice pour les différentes configurations d'endommagement. Plus précisément, on considère dans un premier temps les cellules C-2, C-4 et C-8 avec rupture sans décohésion et dans un second temps ces mêmes cellules avec trois états de décohésion (3,5, 17,5 et 35 μm de longueur de décohésion). Le comportement de la matrice est pris viscoélastique linéaire homogène isotrope (§ - 6) et celui de la fibre reste élastique. Le taux de fibres fixé à 40 % depuis le début de notre étude, se justifie ici dans le souhait de vouloir exacerber l'influence des phénomènes visqueux. Les paramètres d'analyse sont toujours k_r , l_c et sont évalués maintenant en fonction du temps. Ils sont comparés à ceux obtenus dans le cas élastique pour une même configuration d'endommagement.

7.3.1. Cas de la rupture sans décohésion

La figure 17 donne la variation de K_r dans la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue en fonction du taux d'endommagement pour trois temps de fluage distincts comparée au K_r calculé pour la matrice prise élastique (§ - 7.2.1). Nous constatons que la modification du comportement de la matrice ne modifie pas la nature des effets observés dans le cas élastique, à savoir :

- l'augmentation du K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de l'endommagement ;
- la convergence de la valeur de L_c vers la valeur limite obtenue à l'aide de la cellule C- ∞ avec la décroissance de l'endommagement ;
- l'existence d'une taille minimum de site d'endommagement pour laquelle le transfert de charge n'est quasiment pas perturbé par les autres ruptures de fibres.

Par ailleurs, nous constatons, au temps noté t_p et correspondant au temps de début du palier de charge, que le maximum des coefficients de transfert de charge déterminé pour la matrice élastique coïncide quasiment avec celui où la matrice est viscoélastique. La seule différence se situe au niveau de la pente de reprise de charge qui est plus douce pour la matrice viscoélastique en raison même de cette propriété.

Pour des temps de fluage supérieurs, nous constatons une modification notable de K_r et du report de charge par rapport au cas où la matrice est élastique. Pour la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue, indépendamment de tout phénomène d'endommagement, nous constatons une augmentation de K_r en fonction du temps. Pour quantifier cette augmentation plus lisiblement que ne le font les courbes de la Figure 8.16, nous avons fait le choix de définir un taux de variation de la moyenne de K_r par rapport au temps t_p sur une longueur de fibre L (Figure 8.8, §-4). Cette grandeur est notée τ et est définie par :

$$\tau = \frac{\overline{k}_r(L, t_i) - \overline{k}_r(L, t_p)}{\overline{k}_r(L, t_p)} \quad \text{avec} \quad \overline{k}_r(L, t_i) = \frac{\int_{Z=0}^{Z=L} k_r(Z, t_i) dZ}{L}$$

Pour la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue, le Tableau 8.4, récapitulatif des valeurs de τ calculées pour les différentes configurations d'endommagement, montre effectivement, pour un état donné d'endommagement, son augmentation avec le temps. Ceci s'explique par la diminution du module instantané de la matrice. Elle est d'autant plus importante que l'état d'endommagement est sévère. Pour un temps de fluage d'environ 2 jours (172800 s), le paramètre τ passe respectivement de 0,592 % à 1,396 % pour des états respectifs d'endommagement E-8 et E-2 (§ - 3.2).

Pour les autres fibres intactes, nous obtenons la même évolution de τ avec le temps que pour la fibre plus la proche voisine. Les écarts par rapport aux K_r évalués lorsque le comportement de la matrice est élastique linéaire sont conservés.

En ce qui concerne la fibre rompue, nous vérifions une augmentation de la longueur inefficace L_c avec le temps. A titre d'exemple si nous considérons la cellule C-8, la longueur inefficace L_c passe de 108 à 120 μm pour des temps respectifs de fluage de 0 et 172000 s. Cette constatation n'est autre que la base du modèle de Lifschitz et Rotem [10] permettant la justification de la rupture différée d'un composite unidirectionnel.

En résumé, le fait d'introduire une matrice visqueuse conduit évidemment à l'apparition d'une dépendance de K_r et L_c avec le temps qui couplée aux différents états d'endommagements modélisés entraîne une augmentation de la charge supportée par les fibres intactes due à l'écoulement de la matrice, sans toutefois modifier les effets identifiés lorsque le comportement de la matrice est élastique linéaire.

Temps	750s	172000s
C-2 (%)	0.248	1.396
C-4 (%)	0.147	0.818
C-8 (%)	0.107	0.592

Tableau 8.4 - Valeurs de τ en fonction de l'état d'endommagement pour deux temps distincts

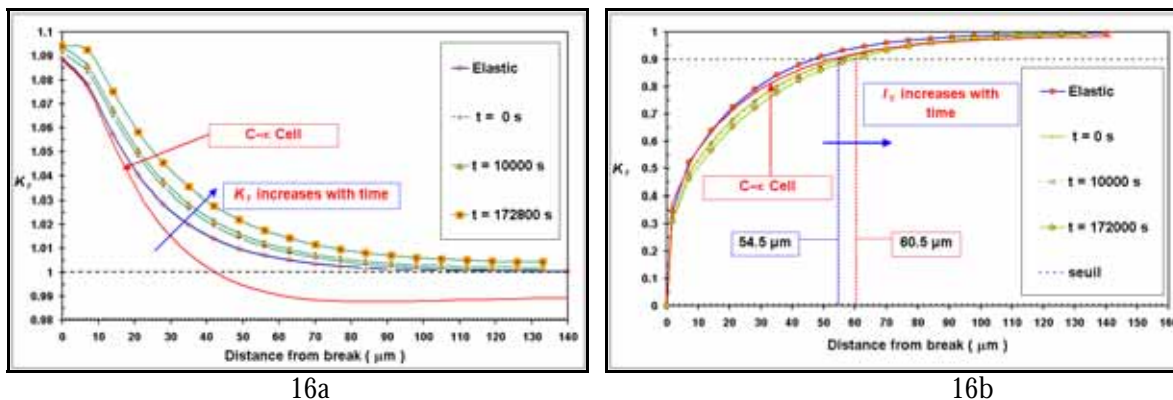


Figure 8.16 - Coefficients de transfert de charge dans la fibre adjacente (16a) de la fibre rompue et dans la fibre rompue (16b) dans le cas de la cellule C-8 (notifié dans la légende par t de fluage exprimé en seconde)

7.3.2. Cas de la rupture avec décohesion

La Figure 8.17 donne la variation de K_r dans la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue en fonction du taux d'endommagement et de la décohesion à l'interface fibre rompue/matrice pour trois temps de fluage distincts comparée au K_r calculé pour une matrice élastique (§ - 8.2.2). Ainsi, comme le cas sans décohesion, le fait d'introduire une matrice visqueuse implique la dépendance des coefficients K_r et L_c avec le temps mais ne modifie pas les effets constatés dans le cas élastique, à savoir :

- la longueur inefficace L_c pour une longueur de décohesion L_d donnée est égale à celle dans le cas d'une rupture sans décohesion translatée de L_d par rapport au plan de rupture et ceci indépendamment de la configuration d'endommagement (C-2, ... , C-16) ;
- le phénomène de saturation du K_r pour la cellule C-2 ;
- le phénomène de décroissance de K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de la longueur de décohesion au-delà de 14 μm pour les autres cellules ;

- le resserrement des valeurs de K_f' dans les autres fibres intactes avec l'augmentation de la longueur de décohésion et la tendance à une équipartition de la surcharge occasionnée par la rupture de fibre pour une longueur de décohésion très grande ;
- la cellule C-16 peut être considérée comme la cellule caractéristique du V.E.R garantissant un état de contrainte similaire à celui observé dans le cas d'une unique fibre rompue.

7.3.3. Conclusion sur la configuration 3

En conclusion, le passage au cas viscoélastique ne remet pas en cause les mécanismes de report de charge établis dans le cas élastique mais introduit une dimension supplémentaire : le temps. Il permet de passer d'un état figé à un état évolutif. Cette possibilité d'évolution du report de charge couplée à des données statistiques sur la rupture de la fibre de carbone permet d'expliquer la possibilité d'une rupture différée de structures composites sollicitées en fluage à des niveaux de chargement inférieurs à la charge théorique de rupture.

Toute la difficulté à l'heure actuelle est la réalisation d'un procédé multiéchelle permettant la prédiction de la durée de vie de la structure à l'échelle macroscopique à partir de nos données sur le report de charge et de la statistique de rupture de la fibre à l'échelle microscopique.

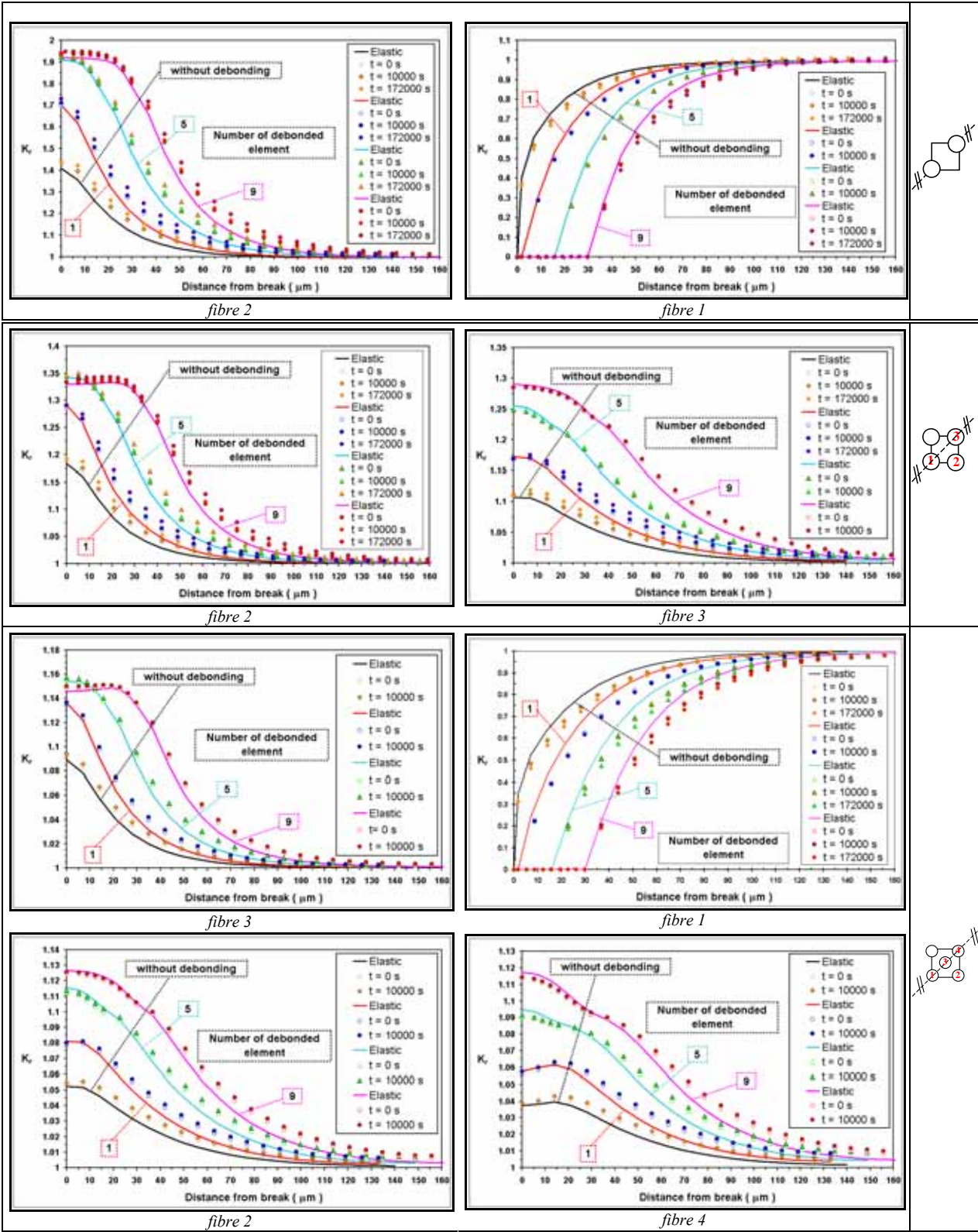


Figure 8.17 - Evolution de K_r dans les différentes fibres des cellules C-2, C-4 et C-8 pour une matrice viscoélastique et une matrice élastique et pour trois longueurs de décohésion

7.4. Configuration 4 : cellules endommagées et comportement élastoplastique

A partir du schéma d'analyse de la configuration 2, nous évaluons l'influence d'une matrice élastoplastique, sur les coefficients de transfert de charge K_r et L_c . Cette influence sera étudiée pour les différents états d'endommagement (C-2, C-4, C-8) en ne tenant compte dans un premier temps que de la rupture et dans un second temps, avec trois états de décohésion (3,5, 17,5 et 35 μm de longueur de décohésion). Dans les deux cas, nous nous intéresserons plus en détails à l'effet de charge/décharge sur le transfert de charge. Pour ce faire, nous avons soumis les cellules à un cycle triangulaire et avons calculé les coefficients d'analyse à l'atteinte de la charge maximale demandée et au retour à charge nulle. Le comportement de la matrice est pris élasto-plastique avec écrouissage cinématique linéaire (§-6) et celui de la fibre reste élastique. Le taux fibre est toujours de 40 %.

7.4.1. Cas de la rupture sans décohésion

i. Mise en charge

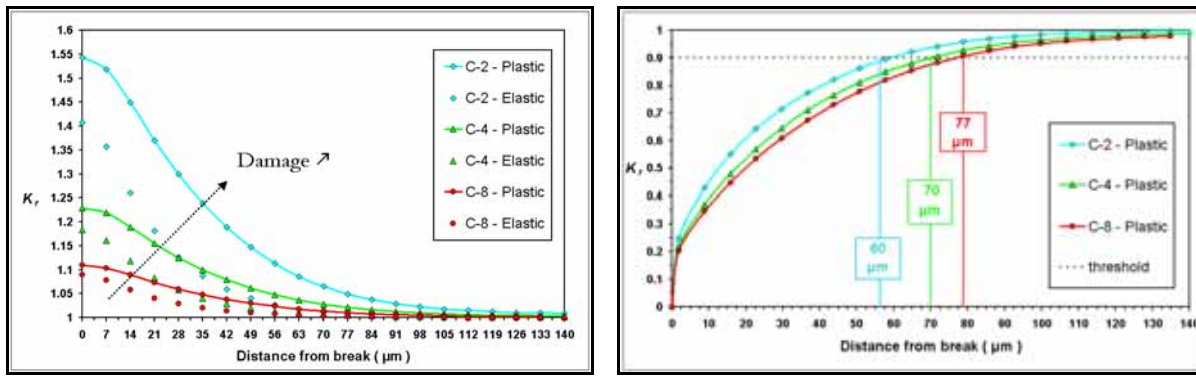
Conformément aux études réalisées dans les configurations 2 et 3, dans les mêmes conditions d'endommagement, la Figure 8.18 révèle les mécanismes habituels du transfert de charge engendrés par la rupture, à savoir :

- l'augmentation de K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de l'endommagement ;
- la convergence de la valeur de L_c vers la valeur limite obtenue à l'aide de la cellule C- ∞ avec la décroissance de l'endommagement ;
- l'existence d'une taille minimum de site d'endommagement pour laquelle le transfert de charge n'est quasiment pas perturbé par les autres ruptures de fibres.

Par ailleurs, conformément aux constatations de Van den Heuvel [20], le fait de passer d'une matrice élastique à une matrice plastique entraîne une augmentation du coefficient de transfert de charge et de la longueur inefficace (Tableau 8.5). Ce phénomène est attribué à la dégradation de la capacité de la matrice à transférer la charge par croissance à l'interface fibre rompue matrice d'une zone plastifiée. Nous constatons avec l'augmentation de l'état d'endommagement du composite, une accentuation de l'écart entre les coefficients K_r calculés pour la matrice élastique et la matrice plastique. Cette accentuation des phénomènes avec l'endommagement s'explique par l'extension de la zone plastifiée due à un taux de fibres intactes moindre. Nous constatons effectivement sur la Figure 8.18 une augmentation du taux de déformation plastique cumulée de la matrice avec l'accroissement de l'endommagement du composite.

Cellules	K_r dans la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue		Longueur inefficace (μm)	
	Plastique	Elastique	Plastique	Elastique
C-2	1.5431	1.4076	120	70
C-4	1.2293	1.1072	140	82
C-8	1.1088	1.0891	164	92

Tableau 8.5 - Comparaison des paramètres d'analyse entre une matrice élastique et plastique



K_r dans les fibres plus proche voisine de la fibre rompue

K_r dans la fibre rompue et calcul de l_c

Figure 8.18 - K_r dans la fibre rompue et sa plus proche voisine en fonction de l'état d'endommagement du composite

ii. Retour à charge extérieure nulle

De retour à une charge extérieure nulle sur le composite, nous constatons localement (Figure 8.19) l'existence de contraintes résiduelles de traction et de compression dans les fibres. Ces contraintes résiduelles sont engendrées par les déformations plastiques cumulées dans la matrice à l'interface de la fibre rompue. En effet, suite à cette déformation plastique locale de la matrice, l'état initial de la fibre et de la matrice au voisinage de la rupture est déplacé. En fait, à la décharge pour une déformation plastique uniforme de la matrice, la fibre élastique tend à revenir à sa position initiale alors que la matrice tend à rester dans sa configuration déformée. Par conséquent, la fibre est mise en traction du fait de la déformation plastique cumulée de la matrice et la matrice subit une compression résiduelle due à la déformation élastique de la fibre. Or, ici la déformation plastique n'est pas uniforme mais diminue progressivement avec l'éloignement par rapport au plan de rupture ce qui explique les contraintes résiduelles de traction et de compression dans la fibre plus la proche voisine de la fibre rompue.

Pour la fibre rompue, étant donné que la contrainte est nulle dans le plan de rupture, lors de la décharge, la fibre est soumise localement à une compression imposée par la matrice qui tend à rester dans sa configuration déformée.

Par la suite, si un nouveau cycle est imposé au composite endommagé, lors de l'atteinte de la charge maximale, la contrainte appliquée à la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue sera supérieure à la contrainte subie par cette même fibre au cycle précédent. A la décharge, les contraintes résiduelles seront augmentées d'autant.

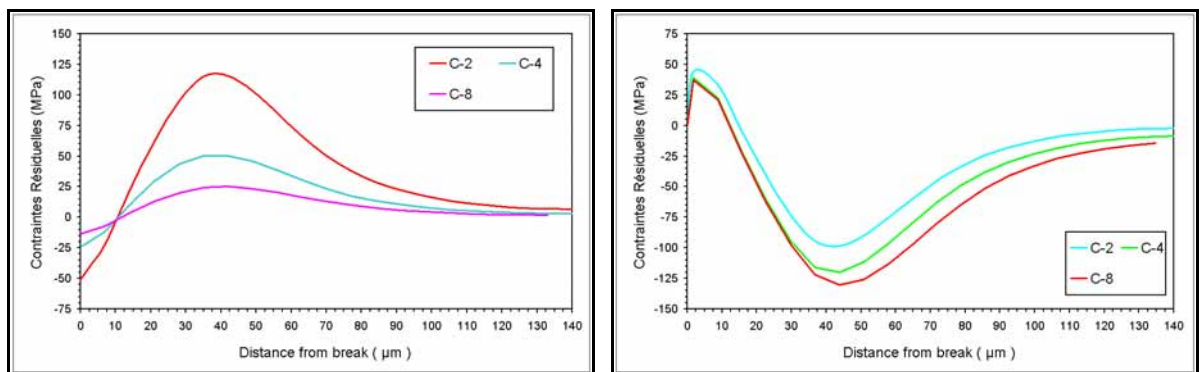
Par ailleurs, nous pouvons remarquer (Figure 8.19) que l'état d'endommagement du composite modifie l'amplitude des contraintes résiduelles. Ainsi, lorsque le niveau d'endommagement du composite décroît, le profil des contraintes s'adoucit pour tendre vers une distribution de contraintes limites dont la cellule C-16 semble être la plus proche aux vues des résultats de la cellule C-8. Nous pouvons conclure, dans l'état actuel de nos connaissances que le profil des contraintes résiduelles de la cellule C-16 donne un bon aperçu de celui d'un composite présentant une unique fibre rompue.

En conclusion, ces calculs réalisés dans le cas sans décohésion à l'interface fibre rompue/matrice, pour des cellules modélisant différents états d'endommagement du composite, et pour une matrice élasto-plastique ont révélé les mêmes mécanismes de transfert de charge établis pour une matrice élastique.

Mais, surtout, du fait du dépassement de la limite élastique de la matrice, nous avons pu mettre en évidence :

- à la mise en charge :

- une augmentation des coefficients de transfert de charge et des longueurs inefficaces ;
- une augmentation des longueurs inefficaces avec l'endommagement du composite.
- au retour à charge extérieure nulle :
 - la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue est en moyenne soumise localement à un effort de traction ;
 - la fibre rompue est en moyenne soumise à un effort de compression ;
 - ces contraintes ont un maximum d'autant plus élevé que l'état d'endommagement du composite est sévère ;
 - la cellule C-16 est représentative de l'état de contraintes d'un composite présentant une unique fibre rompue tout au moins pour la fibre rompue et sa plus proche voisine.



Contraintes résiduelles dans la fibre plus proche voisine de la fibre rompue

Contraintes résiduelles dans la fibre rompue

Figure 8.19 - Contraintes résiduelles dans la fibre rompue et sa plus proche voisine en fonction de l'état d'endommagement du composite

7.4.2. Cas de la rupture avec décohésion

i. Mise en charge

La Figure 8.20 donne la variation de K_r pour la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue en fonction du taux d'endommagement et de trois longueurs de décohésion à l'interface fibre rompue/matrice, comparée au K_r calculé pour la matrice prise élastique. Ainsi, comme nous avons pu le montrer dans le cas sans décohésion, le fait d'introduire une matrice plastique ne modifie pas les mécanismes de transfert de charge énumérés dans le cas élastique ou viscoélastique (§ - 7.3.2), à savoir :

- la longueur inefficace L_c pour une longueur de décohésion L_d donnée est égale à la longueur inefficace, dans le cas d'une rupture sans décohésion, translatée de L_d par rapport au plan de rupture et ceci indépendamment de la configuration d'endommagement (C-2, ..., C-16) ;
- le phénomène de saturation du K_r pour la cellule C-2 ;
- le phénomène de décroissance de K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de la longueur de décohésion au-delà de 14 μm pour les autres cellules ;
- le resserrement des valeurs de K_r dans les autres fibres intactes avec l'augmentation de la longueur de décohésion et la tendance à une équipartition de la surcharge occasionnée par la rupture de fibre pour une longueur de décohésion très grande ;
- que la cellule C-16 peut être considérée comme la cellule caractéristique du V.E.R garantissant quasiment un état de contrainte similaire à celui observé dans le cas d'une unique fibre rompue.

Par ailleurs, avec la progression de la longueur de décohésion, nous observons comme dans le cas de la rupture sans décohésion que les coefficients K_r et L_c sont supérieurs à ceux évalués pour une matrice élastique (Tableau 8.6).

Cependant, nous constatons, avec la croissance de la longueur de décohésion une diminution de l'écart avec les K_r évalués pour une matrice élastique. Ce rapprochement des K_r pour les fibres intactes entre la matrice élastique et plastique s'explique par une plastification complète de la matrice dans le plan de recouvrance de l'adhésion parfaite entre la fibre rompue et la matrice. Nous remarquons effectivement sur la Figure 8.21 une augmentation du taux de déformation plastique cumulée de la matrice lors du passage de l'état rompu sans décohésion à l'état rompu avec décohésion. Par ailleurs, pour des longueurs de décohésion supérieures à 14 μm , le maximum de déformation plastique cumulée demeure constant et nous observons le déplacement de la zone plastifiée le long de la fibre rompue avec le plan de recouvrance de l'adhésion parfaite entre la fibre rompue et la matrice.

Cette dernière constatation se justifie en supposant que la longueur de décohésion modélisée s'initie à la rupture brutale de la fibre.

Cellules	Longueur de décohésion	K_r dans la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue		Longueur inefficace (μm)	
		Elastique	Plastique	Elastique	Plastique
C-2	3.5 μm	1.7579	1.7017	142	94.5
	17.5 μm	1.9491	1.9092	171.5	122
	21 μm	1.9584	1.9194	199.5	150.5
C-4	3.5 μm	1.3227	1.3293	161	108
	17.5 μm	1.3428	1.3428	186	122.5
	21 μm	1.2980	1.2914	222	160
C-8	3.5 μm	1.1463	1.1463	154	116
	17.5 μm	1.1520	1.1541	201	148
	21 μm	1.1366	1.1365	228	175

Tableau 8.6 - Comparaison des paramètres d'analyse entre une matrice élastique et plastique

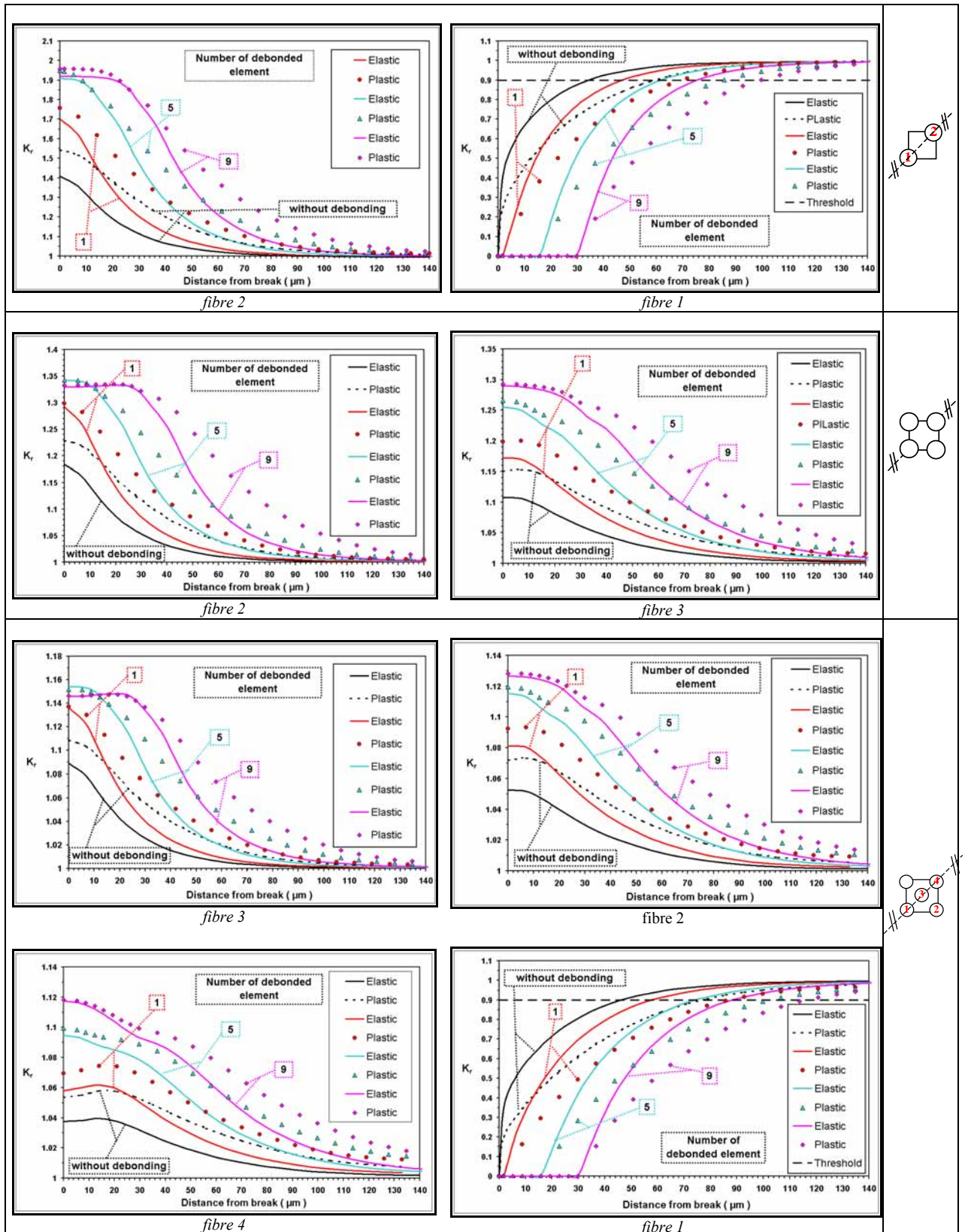


Figure 8.20 - Comparaison de l'évolution de K_r pour une matrice élastique et plastique en fonction de l'état d'endommagement et de la longueur de décohesion

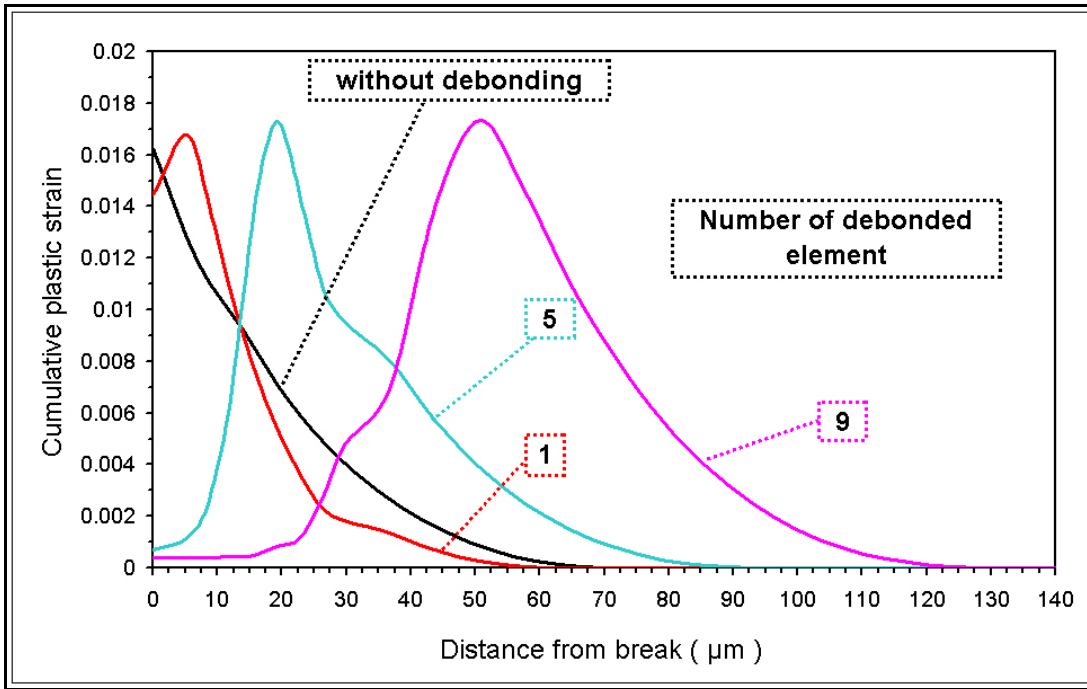


Figure 8.21 - Evolution type de la déformation plastique cumulée moyenne pour trois longueurs de décohésion

ii. Retour à charge extérieure nulle

Au déchargement, nous observons (Figure 8.22) des contraintes résiduelles dans les fibres suite à la rupture de fibres pour les mêmes raisons que celles établies dans le cas de la rupture sans décohésion. Cependant, la prise en compte du mécanisme de décohésion, initié lors de la rupture, modifie le profil des contraintes observé dans le cas de la rupture sans décohésion.

En effet, nous constatons indépendamment de l'état d'endommagement du composite et de la fibre considérée que :

- la décohésion permet de réduire, voire d'éliminer le phénomène de compression des fibres intactes au voisinage du plan de rupture et de mettre les fibres intactes uniquement en traction et inversement pour les fibres rompues ;
- le maximum des contraintes est localisé dans le plan de recouvrance de l'adhésion parfaite ;
- ce maximum est atteint pour une longueur de décohésion de 14 μm ;
- pour des longueurs de décohésion supérieures à 14 μm , le maximum des contraintes reste inchangé.

Par conséquent, le phénomène de décohésion permet une répartition des contraintes dans les fibres moins hétérogènes. Par ailleurs, nous retrouvons bien, indépendamment de la longueur de décohésion, qu'avec la décroissance de l'état d'endommagement du composite, le profil de contraintes s'adoucit pour tendre vers une distribution de contraintes limites caractéristique de la cellule C-16.

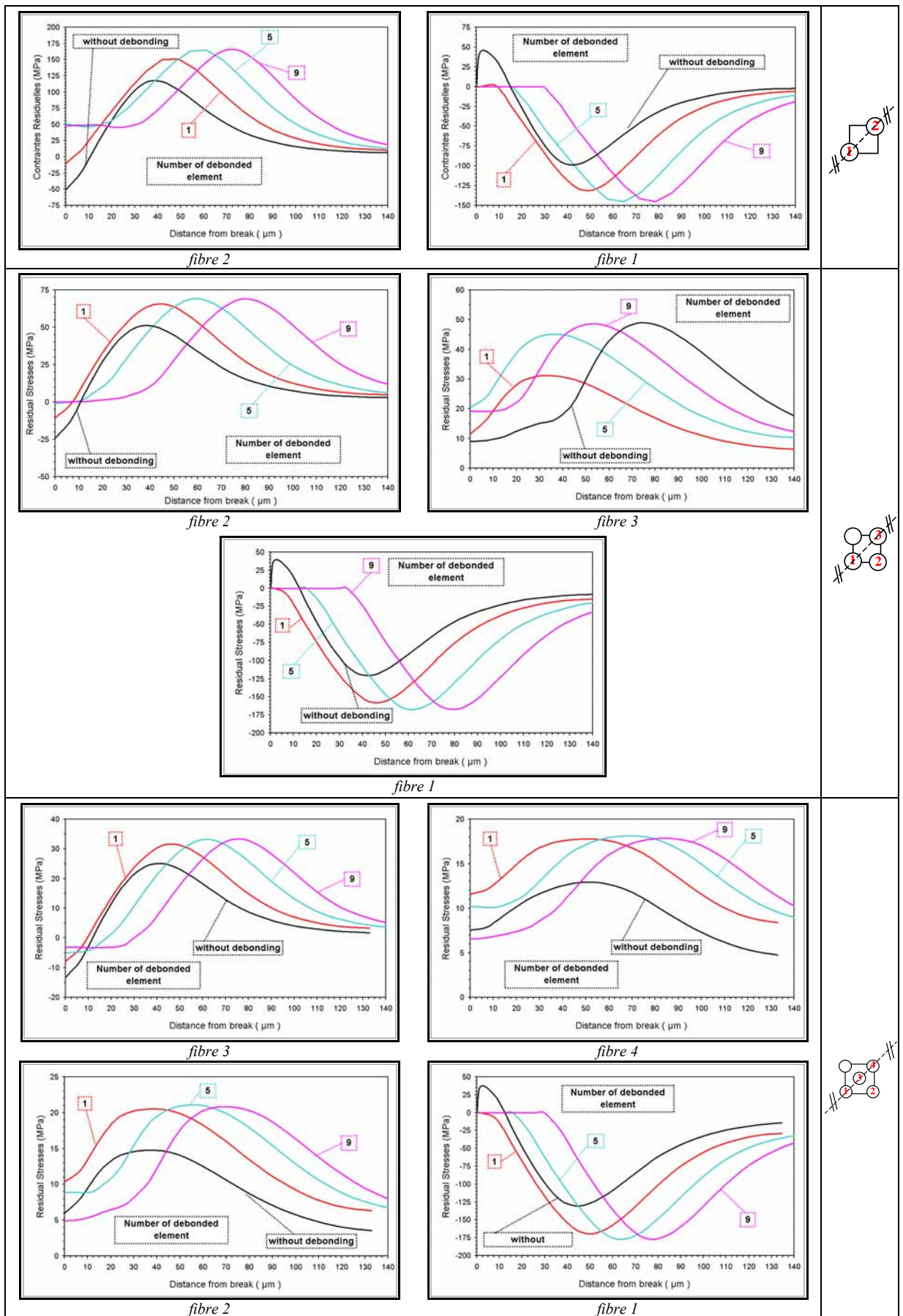


Figure 8.22 - Contraintes résiduelles dans les fibres en fonction de l'état d'endommagement du composite et de trois longueurs de décohesion

7.4.3. Conclusion sur la configuration 4

Le passage d'une matrice élastique à une matrice plastique ne remet pas en cause les mécanismes de report de charge établis dans le cas élastique et à ce titre, nous avons pu confirmer les résultats de Van den Heuvel [17, 18] pour différents états d'endommagement du composite.

Cependant, dès lors que le composite est soumis à des cycles de charge/décharge, les déformations plastiques cumulées de la matrice autour des fibres rompues augmentent, à chaque cycle, les coefficients de transfert de charge ce qui peut engendrer au fil des cycles la rupture de nouvelles fibres. Dès lors que la matrice est plastifiée et que les fibres ont supportées le supplément de charge, l'effet des sollicitations cycliques tend à disparaître. Cet effet a été constaté expérimentalement, lors des essais de sollicitations cycliques sur éprouvettes unidirectionnelles, suivi par émission acoustique (Chapitre 7, §-5.1.3).

8. Conclusions et Perspectives

Les réservoirs composites utilisés sur les bus de ville peuvent-ils être amenés à rompre en service dans le cadre d'une utilisation conventionnelle ? Et si oui, peut-on le prévoir ? Ceci est, rappelons-le, la problématique qui a motivé cette étude.

L'enregistrement d'une activité acoustique permanente au cours du temps relevé sur de telles structures sollicitées en fluage semble effectivement démontrer l'existence d'un endommagement évoluant constamment avec le temps. Même si l'analyse faite des émissions acoustiques n'est pas à ce jour parfaitement maîtrisée, il est toutefois incontestable qu'une partie d'entre elles est provoquée par la rupture de fibres [22, 23], occasionnée par la relaxation des contraintes au sein de la matrice autour de fibres ayant rompu au cours de la mise en charge.

Le souhait de répondre à cette préoccupation industrielle nous a conduit à cette première étape à analyser le phénomène de rupture d'une fibre et ses conséquences sur ses voisines. La capacité des ordinateurs actuels devient suffisante pour mener des investigations numériques construites sur le procédé multiéchelle. C'est donc, une analyse par éléments finis à l'échelle microscopique que nous avons choisi d'utiliser pour répondre à notre problématique immédiate. Nous avons eu le souci, dans un premier temps, de valider notre démarche en comparant, sur des configurations identiques, nos résultats à ceux donnés par d'autres méthodes. Puis, nous avons étendu nos calculs à d'autres configurations, prenant en compte notamment le caractère visqueux de la matrice et l'existence d'une décohésion fibre rompue/matrice.

Plus précisément, une première analyse menée sur la cellule $C-\infty$ dans le cas où la matrice a un comportement élastique linéaire, permettant une comparaison directe avec les résultats d'études trouvés dans la littérature, a validé notre démarche. Par ailleurs, alors que ces études ne prennent pas en compte de faibles longueurs de décohésion, nous avons pu montrer que justement pour de faibles longueurs de décohésion, le coefficient de transfert de charge K_r peut être supérieur à celui obtenu sans décohésion.

L'étude de plusieurs états d'endommagement à travers différentes cellules élémentaires, toujours dans le cas élastique, a révélé :

- l'augmentation de K_r de la fibre la plus proche voisine de la fibre rompue avec l'augmentation de l'état d'endommagement ($C16, \dots, C2$) ;
- le resserrement des K_r dans les autres fibres lorsque on l'ajoute à une décohésion à l'interface fibre rompue/matrice ;
- les moyens de définir la cellule représentative garantissant quasiment un état de contraintes similaire à celui observé dans le cas d'une unique fibre rompue ($C-16$).

La reprise de l'ensemble des cas étudiés avec une matrice viscoélastique rend compte de l'ensemble des phénomènes observés et surtout montre effectivement l'augmentation de la surcharge des fibres plus proches voisines d'une fibre rompue avec le temps.

Ce dernier résultat confirme effectivement la possibilité d'une rupture d'un réservoir composite en fluage, compte tenu de la distribution de résistance de la fibre de carbone. Ceci induit la nécessité d'un procédé multiéchelle, qui couplé à une statistique de rupture représentative de la fibre de carbone nous permettra de déterminer une durée de vie, via un critère de rupture. Le développement de ce procédé fait l'objet du chapitre suivant.

- [1] Weibull W., A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, vol. 9, 1951, pp. 293-296.
- [2] Cox H.L., The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, British Journal of Applied Physics, vol. 3, 1952, pp. 72-79.
- [3] Hedgepeth J.M., Stress concentrations in filamentary structures, Rapport, NASA TN D-882, Langley Research Center, 1961.
- [4] Hedgepeth J. M. & Van Dyke P., Local stress concentrations in imperfect filamentary composite materials, Journal of Composite Materials, vol. 1, 1967, pp. 294-309.
- [5] Ochiai S., Schulte K., Peters P.W.M., Strain concentration factors for fibers and matrix in unidirectional composites, Composites Science and Technology, vol. 41, 1991, pp. 237-256.
- [6] Goree J.G., Gross R.S., Stresses in a three-dimensional unidirectional composite containing broken fibers, Engineering Fracture Mechanics, vol. 13, 1980, pp. 395-405.
- [7] Sastry A.M., Phoenix S.L., Load redistribution near non-aligned fibre breaks in a two-dimensional unidirectional composite using break-influence superposition, Journal of Materials Science Letters, vol. 12, 1993, pp. 1596-1599.
- [8] Sastry A.M., Phoenix S.L., Shielding and magnification of loads in elastic, unidirectional composites; SAMPE Journal, vol. 30, n° 4, 1994, pp. 61-67.
- [9] Kachanov L.M., On gradual fracture of adhesives bonds, International Journal of Fracture, vol 23, 1983, pp. R 143-R 146.
- [10] Nedele M.R., Wisnom M.R., Three dimensional finite element analysis of the stress concentration at a single fibre break; Composites Science and Technology, 51, 1994, pp. 517-524.
- [11] Nedele M.R., Wisnom M.R. Stress concentration factors around a broken fibre in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy, Composites, vol. 25, 1994, pp. 549-557.
- [12] Landis C.M., McGlockton M.A., McMeeking R.M., An improved shear-lag model for broken fibers in composite materials, Journal of Composite Materials, vol. 33, n° 7, 1999, p. 667-680.
- [13] Lifschitz J.M. & Rotem A., Time-dependent longitudinal strength of unidirectional fibrous composites; Fibre Science and Technology, vol. 3, 1970, pp. 1-20.
- [14] Rosen B.W., Tensile failure of fibrous composites, AIAA Journal, vol. 2, 1964, pp. 1985-1991.
- [15] Lagoudas D.C. and al., Time evolution of overstress profiles near broken fibers in a composite with a viscoelastic matrix, International Journal of Solids and Structures, vol. 25, 1989, pp. 45-66.
- [16] Beyerlein I.J., Phoenix S.L., Raj R., Time evolution of stress redistribution around multiple fiber breaks in a composite with viscous and viscoelastic matrices, International Journal of Solids and Structures, vol. 35, 1998, pp. 3177-3211.
- [17] Schieffer A., Modélisation multiéchelle du comportement thermo-mécanique des composites à matrice organique et prise en compte des effets du vieillissement thermique, Thèse de doctorat, Université de technologie de Troyes, 2002.
- [18] Landis C.M., McMeeking R.M., Stress concentrations in composites with interface sliding, matrix stiffness and uneven fiber spacing using shear lag theory; International Journal of Solids and Structures, vol. 36, 1999, pp. 4333-4361.
- [19] Van den Heuvel P.W.J., Wubbolts M.K., Young R.J., Peijs T., Failure phenomena in two-dimensional multi-fibre model composites :5. A finite element study, Composites A, vol. 29, 1998, pp. 1121-1135.
- [20] Van den Heuvel P.W.J., Goutianos S., Young R.J., Peijs T., Failure phenomena in fibre-reinforced composites. Part 6 : a finite element study of stress concentrations in unidirectional carbon fibre reinforced epoxy composites, Composites Science and Technology, vol. 64, 2004, pp. 645-656..

- [21] Van den Heuvel P.W.J., Peijs T., Young R.J., Failure phenomena in two-dimensional multi-fibre microcomposites-3. A Raman spectroscopy study of the influence of interfacial debonding on stress concentrations, Composites Science and Technology, vol. 58, 1998, pp. 933-944.
- [22] Bunsell A.R., Laroche D. and Valentin D., Damage and failure in carbon-fiber-reinforced epoxy resin, in : Long-term behavior of composites, ed. T.K. O'Brien, ASTM STP 813, 1983, ASTM, pp. 38-54
- [23] Bunsell A.R. and Fuwa. M., An acoustic emission proof test for a carbon fibre reinforced epoxy pressure vessel, Eighth world conference on Non-destructive testing, 1976, pp. 1-8.

Chapitre 9 -

Modélisation de la rupture macroscopique d'un composite unidirectionnel à 0° par un procédé multiéchelle

1. Bibliographie

1.1. Synthèse bibliographique

La rupture des composites unidirectionnels sollicités en traction uniaxiale suivant l'axe des fibres a fait l'objet de nombreux travaux. Ces travaux ont montré que la résistance du composite est très étroitement liée aux propriétés intrinsèques de ses constituants.

Le modèle bidimensionnel de Rosen [1] est le premier à relier la résistance du composite à la distribution de résistance des fibres au sein d'une matrice plastique. L'accumulation de ruptures de fibres avec l'augmentation de la charge globale conduit à la rupture macroscopique du composite. Le composite est assimilé à une chaîne de N faisceaux de m fibres dont chaque maillon a pour longueur, la longueur dite inefficace δ . Cette longueur δ est définie comme la longueur nécessaire pour que la contrainte effective dans la fibre rompue atteigne une fraction donnée φ de la charge nominale σ_{f0} , par cisaillement de la matrice. L'obtention de la contrainte de rupture σ_{cR} la plus probable du composite passe par la connaissance de la fonction $G_m(\sigma)$ de distribution de résistance du faisceau de m fibres de longueurs δ . Pour ce faire, il suppose que les contraintes autour d'une fibre rompue sont réparties uniformément parmi les fibres intactes du faisceau. La fonction de distribution de résistance du composite est ainsi directement liée à la fonction de distribution de résistance des fibres, qui est calculée par la fonction de Weibull [2] déterminée à partir d'essais sur fibres unitaires. Ce modèle fournit une expression de la contrainte de rupture probable pour le composite : $\sigma_{cR} = \sigma_0(\delta\beta e)^{-1/\beta}$. Il surestime la contrainte de rupture des composites unidirectionnels.

Le modèle bidimensionnel de Zweben [3] fait l'hypothèse que les fibres proches du site de rupture sont soumises à une intensité de charge plus élevée que les fibres éloignées du site de rupture. Pour calculer cette différence, il introduit, dans le modèle de Rosen [1], les facteurs de concentration de contraintes obtenus par Hedgepeth [4]. Puis il calcule la probabilité d'obtenir des ruptures multiples de 2, 3, 4 fibres adjacentes. Dans ce modèle, il utilise une nouvelle manière d'appréhender la contrainte de rupture du composite dans la mesure où elle est estimée par la définition d'une taille critique de défauts correspondant à un nombre de fibres adjacentes rompues. Ce modèle sous-estime la contrainte de rupture des composites unidirectionnels.

Harlow et Phoenix [5, 6, 7, 8] s'inspirant des travaux de Scop et Argon [9, 10] ont donné des expressions approchées de la fonction de distribution $G_m(\sigma)$ et ont réalisé des travaux sur les effets d'échelles. Pour leurs études, le composite est modélisé par une chaîne de maillons de fibres de longueur 2δ et la distribution des contraintes autour des fibres rompues est appréhendée selon deux lois distinctes :

- la loi, dite uniforme, où les charges sont équi-réparties sur les fibres intactes (Equal Load Sharing, ELS), correspondant exactement au modèle de Rosen ;

- la loi, dite locale, où les surcharges sont réparties uniquement sur les fibres plus proches voisines intactes (local load sharing, LLS), correspondant à une condition plus sévère de la répartition des charges que celle adoptée par Zweben.

La modélisation statistique des ruptures de fibres du composite en faisant varier le nombre de fibres a permis d'appréhender le comportement du composite à une échelle supérieure. Ainsi, il est apparu que le module effectif de Weibull d'un composite, usuellement noté m , est variable et augmente avec le volume du composite, pour donner lorsqu'il devient très grand, un comportement déterministe. Ce comportement est atteint plus rapidement lorsque la distribution des contraintes autour des fibres rompues est gérée par la loi locale. Ces études rigoureuses se heurtent très vite sur des limites mathématiques et fournissent néanmoins des tendances quant aux scénarii de rupture des fibres au sein du composite :

- lors de la mise en charge, les premières ruptures tendent à être séparées par de grandes distances quand le nombre de fibres considérées est important ;
- tant que la distance entre deux sites de rupture demeure supérieure à 10 diamètres de fibres, les sites de ruptures demeurent statistiquement indépendants ;
- si la distance entre deux fibres rompues est inférieure à 5 ou 6 diamètres de fibres, la rupture de ces fibres est immédiate, dans le cas d'une modélisation plane du composite ;
- le passage à un calcul tridimensionnel aurait pour conséquence de modifier le nombre de rupture de fibres nécessaire pour entraîner la rupture du composite.

Face à la complexité de la résolution analytique de ces problèmes, Oh [11] fut le premier à proposer une méthode numérique pour estimer la résistance de composites unidirectionnels. Le composite est modélisé suivant le modèle de « chaînes de bottes de Rosen [1] » et le champ de contraintes dans chaque fibre est obtenu par une méthode shear-lag. Le caractère innovant réside dans l'introduction d'une procédure de type Monte-Carlo où le vecteur aléatoire est la rupture des fibres et le processus d'intérêt est la rupture du composite. Son analyse a établi les bases d'une certaine méthodologie mais surtout révéla que la rupture du composite est engendrée par la formation d'un plan de clivage perpendiculaire à la direction de chargement, correspondant à l'atteinte de la divergence du calcul.

Un autre type de modèle a été proposé par Batdorf [12, 13]. Il a considéré la probabilité d'obtenir des groupes de i fibres rompues, noté i -plets. Ce modèle se concentre sur la création et la croissance de fissures (multiples ruptures de fibres) et la rupture due à une instabilité du type Griffith. Ainsi, il a montré que pour une contrainte donnée, en raison des effets de concentration de contraintes, il existe une taille critique du i -plets pour laquelle la rupture du composite devient instable. Par conséquent, toute rupture peut être prédite en fonction de la contrainte à laquelle se forme le i -plet correspondant. Le point fort de ce modèle est la possibilité de faire varier la longueur des fibres adjacentes (longueur de transfert de charge notée λ) des i -plets en fonction de leur taille. Cela signifie que la rupture finale du composite n'est pas confinée dans une zone de longueur égale à la longueur inefficace δ des autres modèles. Ce modèle fait l'hypothèse que la distribution des défauts présents dans les fibres est représentée par la fonction de Weibull à deux paramètres et que les fibres voisines des fibres rompues sont soumises à une surcharge dont les coefficients utilisés proviennent du calcul tridimensionnel d'Hedgepeth et Von Dyke [14]. Ainsi, par ces hypothèses, en fonction de la charge appliquée, Batdorf a calculé la probabilité qu'un multiplet d'ordre i (i fibres adjacentes rompues) apparaisse. Le critère de rupture est atteint quand le nombre de multiplet d'ordre $i+1$ devient supérieur au nombre de multiplet d'ordre i : le mode de fissuration devient instable et la contrainte de rupture du composite est atteinte. Il a pu relier ainsi le paramètre de forme de la distribution de Weibull des fibres à celui du composite et justifier le caractère déterministe du comportement des composites quand le nombre de fibres considérées augmente. Son modèle basé sur des

hypothèses simplificatrices a proposé une chronologie d'endommagement du composite : ruptures aléatoires, croissance indépendante et atteinte d'une taille critique. Son analyse sur l'influence de la longueur de transfert de charge a mis aussi en évidence la relation étroite entre les effets locaux (liaisons interfaciales fibre/matrice) et résistance du composite.

Wisnom [15] a proposé un autre scénario de rupture des composites unidirectionnels. Ce modèle est basé sur l'interaction entre les fibres rompues par l'endommagement dans la matrice plutôt que par la propagation séquentielle de ruptures. Ainsi, quand la charge appliquée augmente, la densité de fibres rompues augmente. Par conséquent, il fait l'hypothèse que les fibres rompues interagissent pour former des i-plets dès lors qu'elles sont suffisamment proches. Ce scénario a été inspiré par une étude préliminaire [16, 17] où il a modélisé par éléments finis la rupture d'une fibre au sein d'un composite. Il a observé que l'influence de cette rupture de fibre n'entraînait qu'un faible niveau de surcharge sur les fibres adjacentes. Par conséquent, il suppose qu'il existe un i-plet de fibres rompues critiques responsables de la rupture du composite. Ce i-plet critique est déterminé à partir d'un calcul d'équilibre d'énergie basée sur le travail d'extraction de ce i-plet du composite. Le composite est modélisé par une chaîne de bottes dont la longueur est fonction de la longueur de transfert de charge du i-plet correspondant. Il relie donc la contrainte de rupture du composite à l'énergie d'extraction d'une fibre. A l'aide de ce modèle, Wisnom a pu déterminer une valeur de la contrainte de rupture du composite, proche de la valeur expérimentale. Le nombre de ruptures de fibres impliquées dans la rupture varie de 4 à 15 suivant l'énergie d'extraction de fibre obtenue (test du « pull-out »).

Baxevanakis [18] a analysé la rupture d'un composite unidirectionnel à 2 échelles distinctes. Son analyse est réalisée de manière bidimensionnelle. Son approche est basée sur un calcul par éléments finis couplé avec des données statistiques. Il a défini deux échelles distinctes : une dite, intermédiaire, et l'autre dite microscopique où sont couplés calculs par éléments finis et données statistiques. L'idée principale est d'identifier à l'échelle intermédiaire, modulo la connaissance de la fonction de distribution de résistance de la fibre, l'existence d'un Volume Élémentaire Représentatif (plan) du composite pour lequel l'effet d'échelle devient négligeable (contrainte de rupture du V.E.R. quasi constante), l'étude de Foret [19] sur cette thématique a pu le démontrer. Cette analyse faite, il a utilisé ces données au sein d'un calcul par éléments finis où un maillage dit statistique est superposé au maillage par éléments finis. Il a simulé ainsi la traction uniaxiale d'une éprouvette unidirectionnelle (modélisée de manière bidimensionnelle) jusqu'à rupture. Cependant, la modélisation bidimensionnelle du composite entraîne, à l'échelle supérieure, une sous estimation de la contrainte de rupture du composite.

Plusieurs auteurs [20, 21] ont développé une résolution tridimensionnelle des équations gouvernant le modèle shear-lag. Ceci a permis de simuler directement les ruptures de fibres au sein de volumes de composites plus importants que les modélisations précédentes (1600 fibres \gg 10 fibres). Ces travaux ont confirmé l'endommagement séquentiel du composite. Tout d'abord, l'endommagement débute par une accumulation de ruptures de fibres aléatoires au sein du composite (ruptures des défauts les plus critiques). Ensuite, en raison de ces ruptures, dues aux mécanismes de transfert local de charges, des clusters de fibres se développent indépendamment les uns des autres. A l'atteinte d'une taille critique, ce cluster provoque l'instabilité globale du composite et conduit à la ruine du matériau. Cette modélisation qui améliore la compréhension du mode d'endommagement, conserve les limites du modèle shear-lag bidimensionnel dans la mesure où la contrainte de rupture est sous-estimée.

Curtin [22, 23] a fait le postulat qu'il existe un ligament caractéristique du matériau de longueur δ , contenant n_l fibres et contrôlant la rupture du composite. Ce ligament a la même fonction gaussienne de distribution de résistance sous hypothèse de transfert global de charges (G.L.S.) que sous l'hypothèse de transfert local de charges (L.L.S.). Phoenix [24] en a donné l'expression. A la différence des modèles

tridimensionnels et numériques du shear-lag, le calcul de cette taille critique est basé sur l'énergie nécessaire à l'extraction d'une fibre de la matrice et non sur la longueur inefficace de transfert de charge. Plusieurs études sur la modélisation des phénomènes locaux tels que la décohésion, le comportement de la matrice (élastique, plastique) ont révélé que leur impact sur la contrainte de rupture du composite était non négligeable. Ces phénomènes locaux modifient la formation des clusters et donc le comportement mécanique du composite.

De ces travaux, il est apparu que toutes hypothèses réductrices nuisaient à l'estimation du comportement à rupture des composites unidirectionnels. Pour cette raison, une modélisation tridimensionnelle par la méthode des éléments finis semble être la plus adaptée dans la mesure où elle permet une approximation précise des champs complexes de contraintes et de déformations, développés au cours de l'accumulation de ruptures de fibres. Cependant, la simulation par éléments finis, à l'échelle du composite avec une finesse suffisante pour discerner les fibres de la matrice, conduirait à un nombre de degrés de libertés ingérable par les calculateurs actuels. En conséquence, une approche multiéchelle est incontournable.

Nous avons donc choisi une procédure multiéchelle tridimensionnelle pour modéliser le comportement à rupture du composite unidirectionnel. Cette entreprise a nécessité certaines hypothèses et les résultats des travaux de Baxevanakis. Ainsi, pour comprendre notre démarche multiéchelle tridimensionnelle, une reprise plus précise de son modèle que celle abordée dans la bibliographie est nécessaire.

1.2. Le modèle multiéchelle bidimensionnel de Baxevanakis [18]

Baxevanakis a analysé la rupture d'un composite unidirectionnel à 2 échelles distinctes (Figure 9.1). Son analyse est réalisée de manière bidimensionnelle. Son approche est basée sur un calcul par éléments finis couplé avec des données statistiques. Il a défini deux échelles distinctes : une dite, intermédiaire, et l'autre dite microscopique où sont couplés calculs par éléments finis et données statistiques.

Pour la première échelle, dite échelle intermédiaire, il a déterminé un Volume Élémentaire Représentatif bidimensionnel du composite pour lequel la contrainte moyenne de rupture semble constante. Pour ce faire, il a combiné données statistiques sur la probabilité de rupture de la fibre et un calcul par éléments finis.

D'un point de vue de la statistique, il a identifié la fonction de densité de défauts rompus le long de la fibre à l'aide du test de multifragmentation. Sous l'hypothèse que les défauts sont ponctuels et distribués selon un processus ponctuel de Poisson, il a proposé une fonction sigmoïdale pour lisser les essais de multifragmentation plutôt que la fonction classique de Weibull.

Pour le calcul analytique nécessaire à son identification, le transfert de charge de la fibre à la matrice est calculé selon le modèle de Cox [25]. Il prend en compte les contraintes d'origine thermique, considère un composite monofilament avec une adhésion fibre/matrice parfaite et suppose les constituants comme étant élastiques linéaires. Malgré ces simplifications, le modèle donne une bonne approximation des contraintes à rupture sur une large plage de longueurs de jauge (plage de 0,5 à 200 mm de longueur de fibre). Une comparaison de ce type d'échantillonnage avec des résultats obtenus par des essais classiques de traction à rupture sur fibre unitaire lissés par une fonction de Weibull a montré le recouvrement des deux fonctions pour les défauts les plus critiques, pour des longueurs de fibres testées supérieures à 100 mm.

De ces essais, il a défini la longueur moyenne des fragments à saturation. A partir de cette longueur, il a introduit la notion de maillage statistique où chaque élément statistique représente un Volume Élémentaire

Statistique (V.E.S.) correspondant au volume minimal pour qu'un défaut puisse se rompre. La superposition de ce maillage statistique au maillage par éléments finis définit la contrainte à rupture des éléments finis appartenant à une même maille statistique.

Pour le calcul par éléments finis, il considère une couche d'un composite unidirectionnel d'une longueur L_e contenant N_f fibres sous un chargement parallèle aux fibres. Les constituants sont pris élastiques linéaires, la liaison fibre/matrice est supposée parfaite, une longueur de décohésion fixe L_d égale à 0.1 mm est considérée et les calculs sont réalisés sous l'hypothèse des contraintes planes. Le comportement à rupture du composite unidirectionnel est simulé par une loi du type « tout ou rien ». Ceci signifie que la matrice de rigidité de la fibre prend la valeur de la matrice de rigidité de la matrice quand la contrainte dans les éléments de fibre a atteint la contrainte de rupture du V.E.S. correspondant. La contrainte de rupture des V.E.S. est générée par un processus de tirage aléatoire à partir de la fonction sigmoïdale identifiée à partir des essais de fragmentations. La contrainte à rupture du composite n'est pas basée sur l'atteinte d'un critère analytique mais correspond à la formation d'un plan de clivage par propagation de fissures perpendiculaire à la direction de sollicitation.

A partir de ce modèle couplant la statistique au calcul par éléments finis et en jouant sur les variables L_e et N_f , il démontre que la distribution cumulée de ruptures converge rapidement et au-delà d'un volume élémentaire caractéristique d'une certaine taille ($L_e = 12$ mm et $N_f = 8$ fibres), une distribution asymptotique est atteinte. Cette taille définit donc la taille du V.E.R. du matériau équivalent, c'est-à-dire la taille du V.E.R. de l'échelle macroscopique. Le comportement statistique de ce V.E.R. est obtenu par répétition du calcul avec un nouveau tirage aléatoire des contraintes de ruptures des V.E.S.

Le passage à l'échelle supérieure, dite échelle macroscopique, est réalisé à l'aide de la méthode de l'homogénéisation périodique.

Pour cette seconde échelle, le comportement à rupture du composite est déterminé à partir des données microstructurales obtenues à l'échelle intermédiaire en supposant que le composite est un assemblage de V.E.R. caractéristiques. Le couplage élément finis et statistique est réalisé de manière identique à l'échelle précédente. Cependant, les données statistiques proviennent de l'homogénéisation du comportement des V.E.R. et la taille du V.E.S. correspondant est celle du V.E.R.

Cette modélisation va nous permettre de définir dans le cadre de notre procédé multiéchelle une partie des données nécessaires aussi bien à l'échelle microscopique (fonction sigmoïdale de répartition des défauts le long de la fibre) que macroscopique (taille du V.E.R. ...)

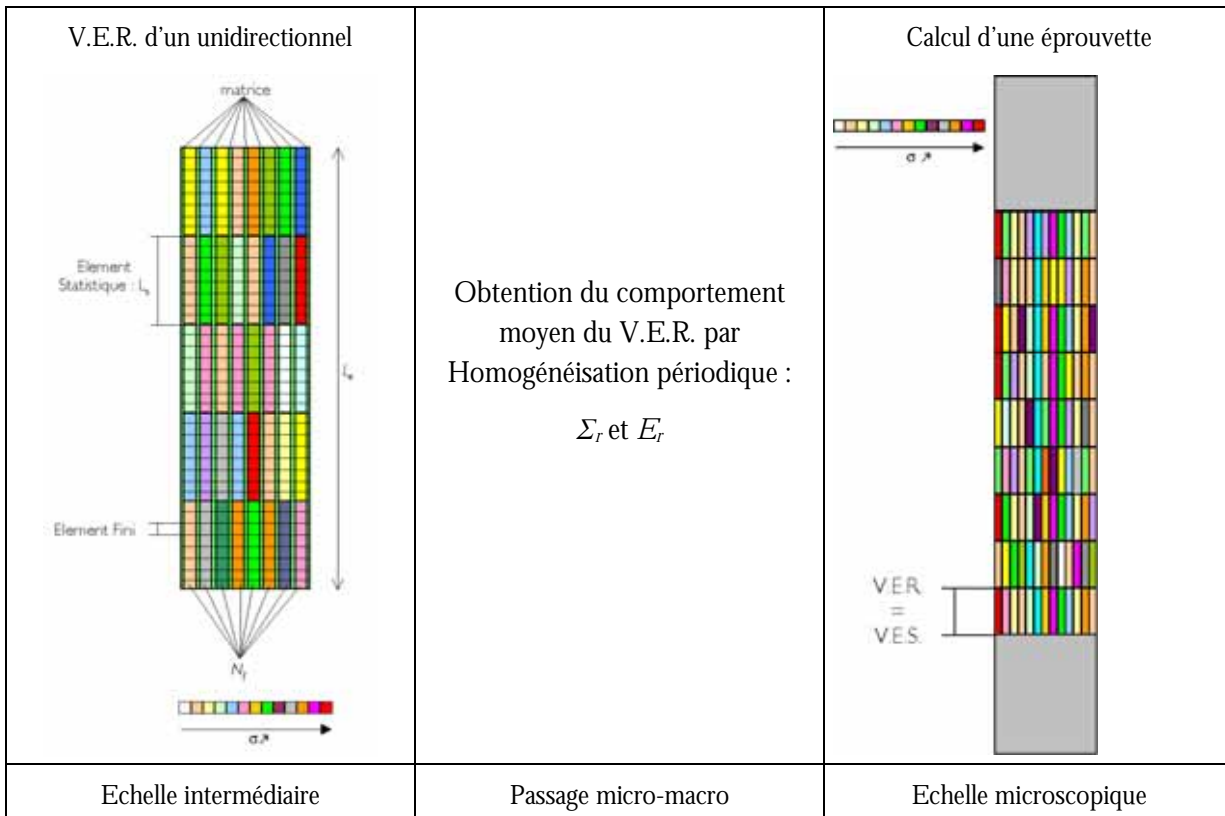


Figure 9.1 - Modèle multiéchelle de Baxevanakis

2. Modèle multiéchelle tridimensionnel proposé

2.1. Principe général d'un procédé multiéchelle [26]

La prise en compte, dans un calcul de structure par éléments finis, d'hétérogénéités fines du matériau est trop onéreuse en temps de calcul. C'est pourquoi, il est préférable, au travers d'un procédé multiéchelle, de remplacer la matière hétérogène par un matériau homogène équivalent. Le procédé multiéchelle est le moyen de faire le lien entre l'échelle de l'hétérogénéité identifiée et l'échelle de la structure. Il nécessite une certaine méthodologie qui peut être découpée en trois étapes distinctes :

- une étape dite de « représentation » ;
- une étape dite de « localisation » ;
- une étape dite d'« homogénéisation » .

L'étape de représentation consiste à définir les échelles de travail. Ainsi, on définit l'échelle dite macroscopique comme étant l'échelle où le matériau est considéré comme homogène. A cette échelle, il existe un élément de volume, représentatif de la microstructure, qui contient suffisamment d'hétérogénéités pour être statistiquement représentatif de la matière à l'échelle macroscopique. Dans le procédé multiéchelle, ce Volume Élémentaire Représentatif est considéré comme une structure à l'échelle microscopique. Pour cette raison, à l'échelle microscopique, on appellera ce V.E.R. dans la suite, V.E.R. « structure ». A cette échelle, les différentes phases sont visibles et supposées homogènes, de caractéristiques mécaniques et géométriques différentes l'une de l'autre. Si la microstructure est périodique, l'étape de représentation définit le motif périodique représentatif de la microstructure et permet, par empilement, de reconstruire le V.E.R. « structure ». Souvent, ce motif est appelé cellule.

L'étape de localisation permet d'obtenir les grandeurs locales à partir des grandeurs macroscopiques (que l'on qualifie aussi de globales) par une analyse de la réponse mécanique du V.E.R. « structure » à différentes sollicitations. Pour ce faire, il faut d'abord donner les conditions aux limites qui doivent être appliquées sur le V.E.R. « structure », afin de représenter au mieux les champs macroscopiques de contraintes ou de déformation. Ces conditions étant appliquées, le calcul sur le V.E.R. « structure » permet d'accéder aux grandeurs microscopiques. Ainsi, l'étape de localisation passe de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique.

L'étape d'homogénéisation vise à identifier le comportement du milieu homogène équivalent à partir des résultats de la localisation et d'opérations de moyenne sur le V.E.R. « structure ». Ainsi, l'étape d'homogénéisation assure le passage de l'échelle microscopique à celle macroscopique.

2.2. Principe général et particulier d'un calcul de structure basé sur un procédé multiéchelle

Un calcul de structure utilisant une procédure multiéchelle s'organise en plusieurs étapes formant un algorithme itératif. Ces étapes sont les suivantes

- Etape 1 - Calcul à l'échelle macroscopique : le calcul de structure est réalisé à l'échelle macroscopique. La géométrie et les conditions aux limites sont données. Le matériau utilisé est homogène équivalent. On accède ainsi aux champs de contraintes et de déformations macroscopiques (entre autres) nécessaires au processus de localisation. Ce calcul peut être réalisé analytiquement ou numériquement. En ce qui nous concerne le calcul sera fait par éléments finis, donc numériquement. Le calcul est arrêté lorsque la structure est rompue, et plus précisément lorsqu'il apparaît une instabilité numérique (divergence) ;
- Etape 2 - Localisation et évolution des phénomènes microscopiques : en chaque point de l'échelle macroscopique, on sollicite alors le V.E.R. « structure » par le champ macroscopique (de contraintes ou de déformations). On accède ainsi aux grandeurs microscopiques. Le calcul permettant d'accéder aux champs macroscopiques étant réalisé par éléments finis, la localisation sera faite en chaque point de Gauss. Là encore, s'offre le choix pour cette opération de localisation, d'avoir recours soit à un calcul analytique, soit à un calcul numérique. Nous opterons pour la première solution pour des considérations de simplicité et de coût de calcul. Plus précisément, nous allons opérer un lissage des résultats lors de l'analyse sur les cellules (Partie 3, Chapitre 8, §-7). Connaissant les champs macroscopiques, nous accéderons ainsi rapidement aux grandeurs microscopiques les plus importantes (report de charges entre fibres...) qui permettront de faire progresser l'endommagement (rupture de fibres) ;
- Etape 3 - Homogénéisation et réactualisation des caractéristiques du milieu équivalent : l'opération de localisation ayant fourni les nouvelles valeurs des grandeurs locales, on calcule leur impact sur le comportement macroscopique. Le nouveau comportement macroscopique est utilisé de nouveau à l'étape 1. En première approximation, le comportement macroscopique est supposé élastique linéaire avec l'évolution d'une seule composante du tenseur de rigidité. De nouveau, nous opterons pour un calcul analytique pour assurer cette étape d'homogénéisation. Connaissant le nombre de rupture de fibres, on calculera par une opération d'homogénéisation de type « loi des mélanges » le comportement macroscopique.

Rappelons que notre objectif est d'abord de modéliser, par ce processus, le comportement jusqu'à rupture d'une éprouvette de composite unidirectionnel. Dans un premier temps, la sollicitation est une traction uniaxiale. Dans un second temps, elle est une traction uniaxiale jusqu'à un niveau donné, suivie

d'un palier de maintien : le but est de simuler un essai de fluage. Rappelons enfin, qu'au final, il s'agit de simuler, par ce procédé, la vie d'un réservoir composite en service. Le paragraphe suivant décrit plus précisément certains points énoncés ici succinctement.

2.3. Détails de notre procédé multiéchelle

2.3.1. L'étape de représentation : choix du V.E.R. tridimensionnel

Notre étude considère le matériau composite unidirectionnel de manière tridimensionnelle. Elle vise à simuler sa rupture suivant l'axe des fibres. Pour cela, le choix des échelles de travail est classique. A savoir :

- une échelle macroscopique représentant le composite unidirectionnel comme un matériau homogène constitué de l'assemblage de plusieurs V.E.R. tridimensionnels ;
- une échelle microscopique où le V.E.R. est vu comme une structure volumique à deux constituants homogènes : la fibre de carbone et la matrice.

Le V.E.R. bidimensionnel de Baxevanakis, garantissant une contrainte de rupture constante en moyenne, correspond (au minimum) à 6 fibres parallèles de 8 mm de longueur. Pour le choix de notre V.E.R. tridimensionnel, le matériau étant isotrope transverse, nous faisons l'hypothèse que dans l'épaisseur il y a autant de fibres que dans la largeur du V.E.R. bidimensionnel de Baxevanakis [18] : soit un minimum de 36 fibres. Ce volume est défini comme le « Volume Élémentaire Représentatif » caractéristique du composite de notre approche.

Ce choix, bien que justifié pleinement par l'isotropie transverse du milieu, peut encore être validé par l'analyse de résultats de calculs que nous avons réalisés auparavant. En effet, nous avons calculé les coefficients de transfert de charge sur les fibres plus proches voisines d'une fibre rompue pour six configurations d'endommagement du V.E.R. schématisées par les six cellules élémentaires représentatives (CS-32, C-16, C-8, C-4, C-2, C-0). En raison de l'arrangement des fibres, nous avons fait l'hypothèse que la microstructure est périodique. Cela signifie que les hétérogénéités présentes sont réparties de telle sorte que le V.E.R. puisse se construire par un empilement d'un domaine de base périodique, noté Y. Cette base périodique Y prend la forme des différentes cellules suivant l'état d'endommagement du composite (1 fibre rompue sur 32 représenté par la cellule CS-32, ... , 1 fibre rompue sur 2 représenté par la cellule C-2).

Or, la cellule C-16 est le premier état où l'on commence à observer une différence significative des propriétés due à une rupture de fibre. Au-delà de C-16, on n'observe aucune perturbation significative des différents champs due à cette rupture. Plus précisément, sur les bords de CS-32, il n'y a pas de perturbations appréciables dues à la présence d'une fibre rompue. Or, le V.E.R. doit être représentatif du milieu, c'est-à-dire entre autres, posséder des caractéristiques indépendantes de son voisinage et en particulier posséder des propriétés à rupture indépendantes de son voisinage. Ceci implique que l'état sain (état E-S) du matériau peut-être caractérisé par la cellule CS-32 qui, se confond avec le V.E.R. de cet état. Cette remarque fondamentale permet de valider le choix du V.E.R. caractéristique de 36 fibres (32 étant voisin de 36), construit à partir des résultats de Baxevanakis [18].

Une difficulté pour obtenir une représentation fidèle du comportement du matériau homogène est d'identifier les mécanismes physiques qui s'y produisent. Nous avons pu constater dans notre étude bibliographique que le comportement à rupture de composites unidirectionnels à 0° est contrôlé par la rupture aléatoire des fibres. Cependant, la prise en compte de ce mécanisme seul ne permet pas une modélisation fine. Il apparaît que les mécanismes de transfert de charge autour d'une fibre rompue qui

englobent le comportement de la matrice et celui de l'interface fibre rompue/matrice, jouent un rôle primordial dans l'estimation de la contrainte à rupture du composite unidirectionnel à 0°.

Après la mise en évidence du V.E.R., l'originalité de notre processus multiéchelle par rapport à toutes les études déjà réalisées est de raffiner le comportement mécanique local afin d'obtenir une estimation fine des mécanismes de transfert de charge. En d'autres termes, il convient de réaliser finement le passage de l'échelle macroscopique à celle microscopique, c'est-à-dire l'étape de localisation. En fait, pour cela, la plus grande partie du travail a déjà été faite. C'est ce que nous allons montrer maintenant, puis exploiter.

2.3.2. l'étape de localisation : lissage des résultats obtenus sur les cellules et évolution du nombre de rupture de fibres

Le calcul réalisé à l'échelle macroscopique est une traction uniaxiale sur une éprouvette de composite unidirectionnel : le champ de contrainte appliqué, à cette échelle, est rigoureusement uniaxial, en début de calcul (l'éprouvette est vierge de tout endommagement), puis quasiment uniaxial au fur et à mesure de l'avancée du calcul. En effet, l'apparition des ruptures de fibre, traduite par la dégradation des propriétés du milieu, induit des « défauts » dans le milieu macroscopique perturbant l'uniaxialité du champ de contraintes. Nous supposons néanmoins dans la suite que ces perturbations n'ont que peu de répercussions dans la direction transversale, pour estimer que le champ de contraintes macroscopiques est et reste uniaxial tout au long du calcul. La localisation consiste à solliciter le V.E.R. « structure » avec ces sollicitations et à en déduire entre autres les transferts de charge.

Les conditions limites à appliquer sur le V.E.R. « structure » pour modéliser un tel champ ont été détaillées au chapitre 8 (§ - 3.3). Dans ce même chapitre, et avec les conditions aux limites choisies, nous avons évalué les différents transferts de charge. La localisation est donc déjà faite. Il convient maintenant d'en faire l'exploitation et la synthèse pour l'utiliser dans le processus multiéchelle. Nous choisissons donc de réaliser le lissage des valeurs des transferts de charge. Il formera une base de données qui réalisera l'étape de localisation de notre calcul multiéchelle et permettra de faire progresser le nombre de rupture de fibres au sein du matériau.

Les calculs menés sur les différentes cellules ont permis une compréhension fine des mécanismes de transfert de charge et une mesure de l'impact de certains paramètres (comportement de la matrice, décohésion à l'interface fibre rompue/matrice). A partir de ces calculs, nous avons mis en évidence l'évolution des coefficients de transfert de charge dans les fibres intactes au voisinage d'une fibre rompue et ceci, lorsque la matrice est élastique ou viscoélastique, avec ou sans présence de décohésion. Ce sont ces résultats que nous choisissons d'interpoler afin de les intégrer au procédé multiéchelle.

Le choix et l'identification des fonctions de lissage des coefficients de transfert de charge sont réalisés à l'aide du logiciel Origin 7.0. L'objectif est simplement d'avoir une représentation conforme des phénomènes.

Ainsi, la méthodologie appliquée consiste à partir des données générées à l'issue du post-traitement des résultats de calcul par éléments finis des différentes cellules d'isoler la part de chaque phénomène physique dans un coefficient de transfert de charge propre. Par exemple, lors de l'introduction du phénomène de décohésion, on écrit le coefficient de transfert de charge sous la forme $K_r' = K_r + K_r^d$. Cette base de données est générée uniquement pour les fibres plus proches voisines de la fibre rompue. Pour les autres fibres, on suppose un effet d'écran tel que $K_r' = K_r = 1$.

i. Lissage des résultats et constructions de la base de données pour une matrice élastique

L'analyse microscopique étant faite, on réalise un lissage des quantités k_r en fonction des différentes configurations d'endommagement et du comportement matriciel. Cette base de données générée uniquement pour les fibres plus proches voisines des fibres rompues, sera ensuite appelée lors de l'étape de localisation de chacune des itérations du calcul multiéchelle. Enfin, signalons que le choix de la fonction de lissage n'a aucune finalité physique en soi.

Dans l'optique du calcul multiéchelle, nous considérons soit la valeur maximale du coefficient de transfert de charge, notée $k_{r \max}$, soit sa valeur moyenne, notée $k_{r \text{ moy}}$. Dans le cas élastique, le coefficient de transfert de charge est composé soit de une ou deux parties suivant la prise en compte ou non du mécanisme de décohésion.

La fonction représentative identifiée se décompose donc en deux parties, une partie correspondant au coefficient de transfert de charge sans décohésion (K_r) et une autre partie dédiée à la part due à la décohésion (K_r^d). Elle dépend de la longueur de décohésion (notée d) et de l'état d'endommagement (noté C) et prend la forme suivante :

$$K_r'(C, d) = K_r + K_r^d = \left[a_1 \exp\left(-\frac{C}{b_1}\right) + K_0 \right] + \left[\left(a_2 (1 - (e_2)^d) \right) \exp\left(-\frac{C}{b_2}\right) + K_{od} \right]$$

Les valeurs numériques des coefficients sont donnés dans le Tableau 9.1.

ii. Lissage des résultats et construction de la base de données pour une matrice viscoélastique

Pour le cas viscoélastique, on ajoute un coefficient temporel et la fonction représentative identifiée se décompose en trois parties, une partie correspondant au coefficient de transfert de charge sans décohésion, une seconde partie dédiée à la part de la décohésion et une troisième partie à l'effet du temps. Le choix de découpler l'effet du temps provient de l'hypothèse que dans le cadre de notre modélisation du comportement en fluage, l'effet de la viscosité est supposé négligeable lors de la mise en charge. Le lissage dépend de la longueur de décohésion (notée d), de l'état d'endommagement (noté C) et du temps (noté t) et prend la forme suivante :

$$K_r'(C, d, t) = K_r + K_r^d + K_r(t) = \left[a_1 \exp\left(-\frac{C}{b_1}\right) + K_0 \right] + \left[\left(a_2 (1 - (e_2)^d) \right) \exp\left(-\frac{C}{b_2}\right) + K_{od} \right] + \sum_{i=1}^2 \left[a_t^i * \frac{1}{\sqrt{C}} * \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{b_t^i}\right) \right) \right]$$

Les valeurs numériques des coefficients sont donnés dans le Tableau 9.1.

La dépendance temporelle des coefficients est directement liée aux propriétés viscoélastiques de la matrice. Ces propriétés ont été identifiées, dans un premier temps, à partir d'essais sur des éprouvettes massives de résine époxy. Or, il est démontré et admis que le comportement du composite alors obtenu par des méthodes d'homogénéisation est assez peu fidèle à la réalité. Plus précisément, en raison du procédé d'élaboration du composite, la résine « pure » n'est pas représentative de celle du composite [26]. C'est pourquoi, dans un second temps, faute de moyens expérimentaux directs pour accéder au comportement de la résine « matrice », nous avons fait le choix d'une méthode inverse d'identification, à l'échelle macroscopique, dont le but est de se recalibrer sur une courbe de renseignements macroscopiques, celle donnée par l'émission acoustique. Ce procédé n'est pas sans risque dans la mesure où notre objectif à terme est justement de démontrer que le composite continue à s'endommager sous charge constante et que l'activité acoustique enregistrée en est représentative.

Pour ce faire, notre démarche a été de s'assurer en premier lieu que l'activité acoustique obtenue à partir d'essais de fluage sur éprouvettes unidirectionnelles est due, en majorité, à l'accumulation de ruptures de fibres. Nous nous plaçons de ce fait volontairement à des niveaux de chargement élevé (supérieur à 75% de la charge à rupture), puisque, expérimentalement, nous avons pu constater des ruptures d'éprouvettes après un certain temps de maintien. Les fibres assurant la tenue mécanique des composites unidirectionnels chargés uniaxialement, la rupture est la conséquence de l'accumulation de rupture de fibres sous chargement constant. Les courbes d'évènements cumulés obtenues par émission acoustique retranscrivent ces ruptures. Elles nous serviront donc de base pour ajuster au mieux les coefficients de lissage de la fonction de transfert de charge.

Plus précisément, l'identification des paramètres est effectuée à partir de la courbe d'émission acoustique provenant des essais de fluage à 85 % de la contrainte de rupture du composite unidirectionnel. La loi d'endommagement utilisée est celle appelée niveau 2 (que nous présenterons au paragraphe 7). Les coefficients de la fonction de lissage sont identifiés par comparaison directe de la courbe d'émission acoustique et de la courbe d'accumulation de ruptures de fibres par simulation. Pour cette identification, une série de 15 simulations a été réalisée pour chaque jeu de coefficients testé.

Finalement, par rapport à l'identification initiale faite avec la résine « pure », seuls les coefficients a_t^t sont modifiés car ils contrôlent l'amplitude des coefficients de transfert de charge due à la relaxation de la matrice. Les coefficients b_t^t , quant à eux, fixent le domaine des temps courts et des temps longs de l'effet visqueux de la matrice et restent inchangés (Tableau 9.1).

Coefficients identifiés à partir des essais sur éprouvettes de résine époxy	$K_{r \max}$	$a_1 = 1.01$	$b_1 = 1.79$	$K_0 = 1.074$	
		$a_2 = 2.025$	$b_2 = 1.35$	$e_2 = 0.474$	$K_{0d} = 0.054$
	$K_{r \text{ moy}}$	$a_1 = 0.162$	$b_1 = 2.05$	$K_0 = 1.012$	
		$a_2 = 2.22$	$b_2 = 1.35$	$e_2 = 0.922$	$K_{0d} = 0.02$
$K_{r \max}$	$a_t^1 = 0.06$	$b_t^1 = 400$	$a_t^2 = 0.005$	$b_t^2 = 90000$	
$K_{r \text{ moy}}$	$a_t^1 = 0.0042$	$b_t^1 = 400$	$a_t^2 = 0.0185$	$b_t^2 = 90000$	
Coefficients identifiés à partir des courbes d'émission acoustique	$K_{r \max}$	$a_t^1 = 0.375$	$b_t^1 = 400$	$a_t^2 = 0.166$	$b_t^2 = 90000$
	$K_{r \text{ moy}}$	$a_t^1 = 0.3$	$b_t^1 = 400$	$a_t^2 = 0.2$	$b_t^2 = 90000$

Tableau 9.1 - Identification des coefficients a_j de la fonction de lissage de $K_r(t)$

iii. Modélisation de la rupture de fibre et statistique de rupture

Tous les lissages précédents constituent l'étape de localisation de notre calcul de structure multiéchelle. Ils assurent ainsi le passage de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique et permettent de faire progresser le phénomène d'endommagement (le nombre de rupture de fibres, en fait). Ainsi, une fibre va rompre dès lors que sa valeur à rupture longitudinale est atteinte : $\sigma_{\text{longi fibre}} = K_r \sigma_{\text{longi element}} \leq \sigma_r \text{ longi fibre}$ avec $\sigma_{\text{longi fibre}} = E_{\text{longi fibre}} \epsilon_{\text{longi fibre}}$. Compte tenu du caractère aléatoire associé à ce phénomène de rupture, on associe au V.E.R. caractéristique de 32 fibres (correspondant à la cellule CS-32), cinq contraintes de rupture distinctes générées avec des fonctions de probabilité. Ces cinq valeurs à ruptures représentent les cinq étapes de rupture nécessaires pour passer de la cellule saine CS-32 à la cellule rompue C-0. En effet, nous avons fait le choix à l'échelle microscopique, de considérer six états d'endommagement du composite représentés par six cellules élémentaires. Etant donné les conditions de périodicité des cellules,

il est nécessaire et suffisant de ne considérer que cinq valeurs à rupture de fibre pour passer de la cellule saine à la cellule rompue. Pour clore cette description de l'étape de localisation, il convient de donner les statistiques de rupture de fibres utilisées pour le tirage aléatoire précédent.

Lors de l'identification de la statistique de rupture de la fibre de carbone T600S, nous avons fait l'hypothèse que la rupture suivait le modèle du maillon le plus faible. Fort de l'enseignement tiré des travaux de Baxevanakis [18] sur l'essai de multifragmentation, la fonction de densité de défauts $\theta(\sigma)$ de la fibre T600S a été déterminée uniquement à partir d'essais de traction sur fibres unitaires. Il a montré qu'il existe une zone de recouvrement entre les deux techniques d'identification de la fonction de densité de défauts qui permet de déduire la fonction sigmoïdale représentant l'essai de multifragmentation. Pour notre modélisation, la contrainte de rupture de la fibre est donnée selon les deux fonctions distinctes :

- la fonction de Weibull à deux paramètres identifiée à partir des essais de traction sur fibres unitaires :

$$\Pr(\sigma_R \leq \sigma) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m L}$$

- la fonction sigmoïdale proposée par Baxevanakis identifiée à partir des essais de multifragmentation :

$$\Pr(\sigma_R \leq \sigma) = 1 - e^{-A \left[1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \right] L}$$

où m est le module de Weibull, σ_0 est le facteur d'échelle, L est la longueur de la fibre testée et A est la densité de défauts.

Nous générons des nombres aléatoires entre 0 et 1 représentant la probabilité cumulée de rupture. Puis à l'aide de ces nombres, nous calculons la contrainte de rupture pour une fibre de longueur L dont l'expression est :

- pour la loi de Weibull à deux paramètres :

$$\sigma_R = \sigma_0 \left[-\frac{\ln(1 - \Pr)}{L} \right]^{(1/m)}$$

- pour la loi sigmoïdale :

$$\sigma_R = \sigma_0 \left(-\ln \left[1 + \frac{\ln(1 - \Pr)}{AL} \right] \right)^{(1/m)}$$

Ces deux fonctions qui lissent la même statistique de rupture pour la longueur de recouvrement de 100mm doivent évidemment conduire au même résultat final, c'est-à-dire, par exemple, à la même contrainte de rupture s'il s'agit de la traction uniaxiale du composite unidirectionnel. Cependant, dans le cas du modèle de Weibull [2] déterminé à partir d'essais de traction sur fibre unitaire, il est nécessaire d'extrapoler à la longueur réelle des maillons de fibres, correspondant à la longueur à saturation définie par Baxevanakis ($L_m = 0,5$ mm). Ainsi, pour la loi de Weibull, nous considérons la valeur de σ_0 correspondante. Cependant, Hitchon et Phillips [27] ont montré à partir d'essais sur fibres de longueurs comprises entre 5 mm et 0,5 mm que la contrainte de rupture n'évolue pas d'une manière significative. C'est pourquoi, pour notre étude, nous considérons aussi une seconde fonction de Weibull dont le facteur

d'échelle σ_0 est extrapolé pour une longueur de jauge de 5 mm. Au final, trois fonctions statistiques seront utilisées pour la génération des contraintes aléatoires :

- la fonction de Weibull à deux paramètres extrapolée pour une longueur de jauge de 0,5 mm ($\sigma_0 = 8446,8$, $L = 0,5$, $m = 5,62$) ;
- la fonction de Weibull à deux paramètres extrapolée pour une longueur de jauge de 5mm et valable, selon Hutchon et Phillips jusqu'à 0.5mm ($\sigma_0 = 5607,32$, $L = 5$, $m = 5,62$) ;
- la fonction sigmoïdale représentant l'essai de multifragmentation ($A = 8,66$, $\sigma_0 = 6183,05$, $L = 0,5$, $m = 5,62$).

Nous verrons lors de l'analyse des résultats que les fonctions sigmoïdale et de Weibull pour une longueur de jauge de 5 mm conduisent à des résultats équivalents. En revanche, la fonction de Weibull pour une longueur de jauge de 0,5 mm conduit à des résultats très différents (50 % de plus sur la contrainte à rupture). Les résultats de Hitchon et Phillips [27] sont donc fondamentaux.

2.3.3. L'étape d'homogénéisation

Rappelons qu'au sein des cellules :

- les fibres élastiques linéaires se rompent ;
- des reports de charge s'opèrent ;
- la matrice est viscoélastique.

Ceci sous-entend, qu'a priori, il est nécessaire, à l'échelle macroscopique, de traduire les ruptures de fibre et l'effet visqueux. Toutefois, le caractère viscoélastique de la matrice, sur la réponse longitudinale macroscopique, n'est pas appréciable (constatation expérimentale). Nous supposons donc que le milieu homogène équivalent macroscopique est élastique linéaire. Les ruptures de fibres vont être traduites (en première approximation) par la dégradation du module de rigidité longitudinal du matériau homogène équivalent.

Une fois le tenseur de rigidité du matériau sain déterminé, l'étape d'homogénéisation se limite à déterminer cette loi de dégradation des propriétés du milieu homogène équivalent. Là encore, on a recours à un calcul analytique. L'homogénéisation est faite selon le principe d'une loi des mélanges. On écrit :

$$Q_{11} = Q_{11}^0 \left(1 - \frac{1}{NFC} \right)$$

où NFC est le nombre de fibres de la cellule considérée, Q_{11} est la rigidité du matériau équivalent dans la direction des fibres, Q_{11}^0 est la rigidité du matériau équivalent sain.

Le matériau est un T600S/R368-1 avec 60 % de fibres en volume. Les propriétés du matériau sain (Tableau 9.2), isotrope transverse, sont issues des résultats d'essais sur le composite (Chapitre 5 §).

$$[R] = \begin{pmatrix} 132300 & 2.676 & 2.676 & 0 & 0 & 0 \\ 2.676 & 8.698 & 2.252 & 0 & 0 & 0 \\ 2.676 & 2.252 & 8.698 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4.191 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 7.6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 7.6 \end{pmatrix} \text{ (MPa)}$$

Tableau 9.2 - Matrice de rigidité (notations de Voigt) du composite unidirectionnel

3. Calcul multiéchelle d'une éprouvette tridimensionnelle de composite unidirectionnel sous traction uniaxiale.

On réalise ici le calcul multiéchelle d'une éprouvette tridimensionnelle de composite unidirectionnel soumise à une sollicitation uniaxiale. La sollicitation correspond à une mise en charge quasi-statique menée jusqu'à rupture. Dans ce cas, l'effet de viscosité de la matrice est négligée : on suppose en effet que, compte tenu de la nature de la sollicitation, le phénomène de relaxation de la matrice n'apporte que de très faibles modifications sur le champ de contraintes microscopiques au regard des modifications dues à l'incrément de charge en fonction du temps. Ensuite, la sollicitation est une sollicitation de fluage qui fait suite à une sollicitation de mise en charge quasi-statique. Dans ce cas, l'effet viscoélastique de la matrice est pris en compte.

Trois niveaux croissants de prise en compte des phénomènes physiques introduits par la rupture des fibres sont étudiés :

- le niveau 1 correspondant à la dégradation de la rigidité longitudinale due à la rupture des fibres ;
- le niveau 2 correspondant à l'adjonction du transfert de charge au niveau 1 ;
- le niveau 3 correspondant à l'adjonction de la décohésion au niveau 2.

La dégradation du matériau par accumulation de ruptures de fibres est permise par le couplage entre les éléments finis et la statistique de rupture. Ce couplage est rendu possible par la superposition au maillage par éléments finis de la structure d'un maillage statistique. Ainsi, pour tout point de Gauss appartenant à une même maille du maillage statistique correspond un même paramètre (ici la contrainte de rupture) et ce paramètre est attribué aléatoirement aux mailles du maillage statistique. La rupture de l'éprouvette correspond à l'incrément de charge et/ou de temps qui entraîne la divergence du calcul, critère qui a été déjà utilisé par Oh [11]. Au préalable de ces deux calculs, une étude de convergence est nécessaire.

Pour la confrontation des résultats numériques aux résultats expérimentaux, la configuration du calcul est la suivante :

- une taille de maille statistique et d'éléments finis de 0.10 x 0.10 x 15 mm, soit un élément contenant 4 V.E.R. pour une éprouvette de dimension 5 x 0.9 x 150 mm ;
- la fonction de Weibull extrapolée à 5 mm ;
- les trois niveaux de loi d'endommagement sont étudiés. Pour chacun des niveaux d'endommagement, quinze simulations sont réalisées (qui correspondent à 15 tirages de valeurs à ruptures des fibres). Chacune des lois est décrite tour à tour avec $K_{r \max}$ et $K_{r \text{ moy}}$.

L'ensemble du processus numérique que nous avons mis en place est résumé sous la forme de l'algorithme suivant (Figure 9.2)

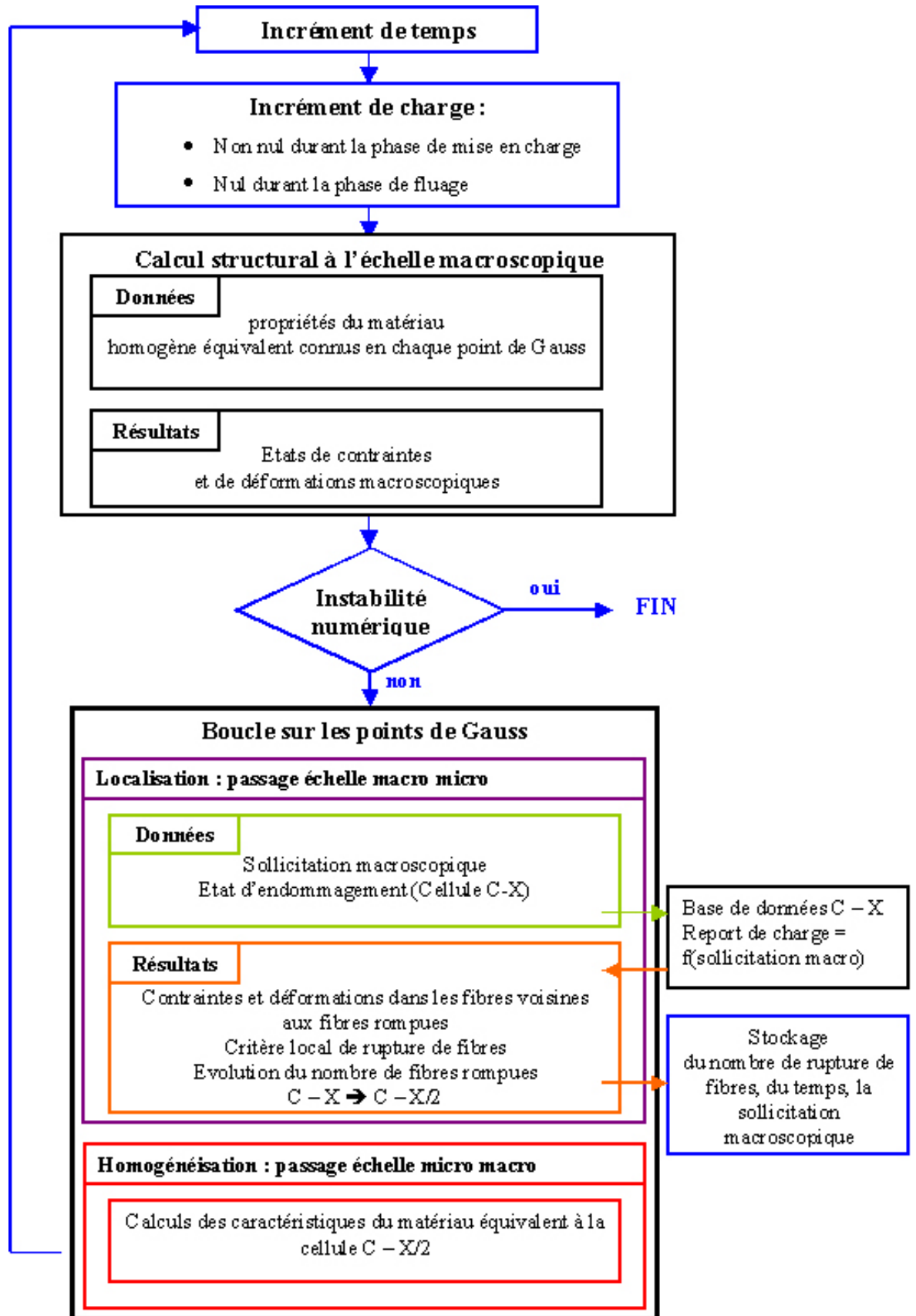


Figure 9.2 - Algorithme du processus multiéchelle

3.1. Les conditions aux limites

Les conditions aux limites (Figure 9.3) modélisent un essai de traction idéal générant un état uniaxial de contraintes, uniforme dans l'éprouvette. Pour ce faire, une force F est appliquée sur les surfaces extrêmes par une densité surfacique d'effort uniformément répartie. Le mouvement de corps solide est bloqué à l'aide de trois nœuds situés dans un plan perpendiculaire à la direction de sollicitation (bloquer six mouvements élémentaires). Ainsi, le nœud :

- A est bloqué en translation suivant les directions x et z ;
- B est bloqué en translation suivant les 3 directions ;
- C est bloqué en translation suivant la direction z .

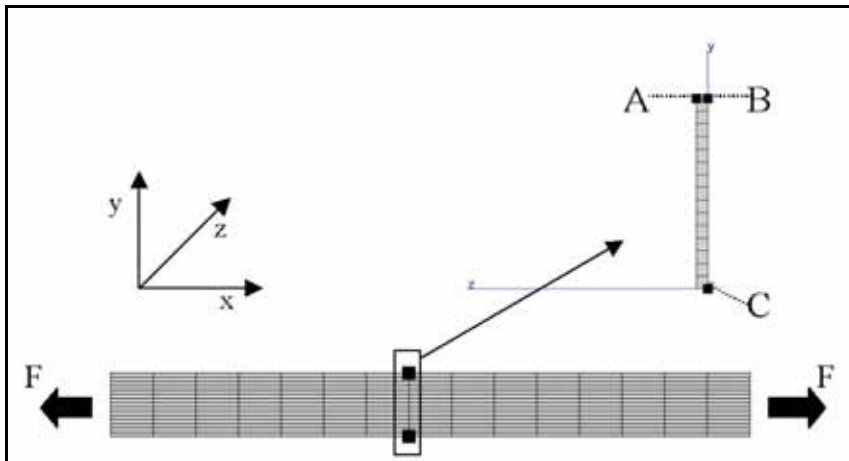


Figure 9.3 - Maillage, conditions aux limites et repère du calcul

3.2. Etude de convergence

Le V.E.R. du modèle continu a été identifié comme étant la cellule CS-32, soit un parallélépipède de section carrée de côté $50 \mu\text{m}$ et de longueur au minimum de 8 mm . Cependant, un maillage statistique et éléments finis aussi fin pour des structures de taille importante conduit à un nombre de degrés de liberté prohibitif. A titre indicatif, pour le maillage référence de notre éprouvette (150 mm de long, 15 mm de large et 0.9 mm d'épaisseur), le nombre d'éléments parallélépipédiques à base carrée nécessaire dont les dimensions sont 10 mm en longueur et $50 \mu\text{m}$ de côté, est de 81000 . Utiliser des éléments de taille plus importante peut donc s'avérer indispensable, mais sans altérer la qualité des résultats. Une étude de convergence est donc nécessaire.

Cette étude de convergence se déroule en deux étapes. Pour la première, le maillage statistique et le maillage par éléments finis sont confondus et nous faisons varier la taille des éléments. Pour la seconde, nous considérons un maillage statistique fixe et nous faisons varier le nombre d'éléments du maillage. Afin de ne pas trop alourdir cette étude de convergence, la loi d'endommagement utilisée ne prend pas en compte ni l'effet de transfert de charge ni la décohésion à l'interface fibre rompue/matrice mais uniquement la dégradation progressive du composite avec l'accumulation de ruptures de fibres. Pour la génération des contraintes de rupture des fibres, nous avons pris, en tout état de causes, les paramètres de la loi de Weibull identifiés à partir des essais sur fibres unitaires pour une longueur de jauge de 50 mm . L'élément de comparaison entre les différents calculs aurait dû être la valeur à rupture de l'éprouvette, valeur donnée par la valeur d'instabilité numérique du calcul. Cette valeur n'étant pas toujours facile à identifier, nous avons préféré ici, afin d'obtenir une base de comparaison mesurable et reproductible sur

l'ensemble des calculs, de prendre la valeur de sollicitation qui correspond à une perte de 5% de la rigidité globale de la structure.

Pour la première étape de l'étude de convergence, nous avons fait varier à la fois la longueur de l'élément parallélépipédique (15, 10 et 6 mm) et la longueur du côté de sa section carrée (1, 0,5, 0,3, 0,15 mm) conduisant à 12 maillages distincts de l'éprouvette de traction (Figure 9.4). Le nombre de degrés de liberté correspondant s'échelonne respectivement entre 726 et 40000 pour des temps de calcul allant de 35 à 8000 secondes. A titre indicatif pour le calcul à l'échelle du V.E.R. caractéristique, le nombre de degrés de liberté atteint le chiffre de 188727 pour un temps de calcul d'environ 800000 secondes. Quinze simulations ont été réalisées pour chaque maillage de taille d'élément différent, à l'exception du maillage à l'échelle du V.E.R. où une seule simulation est réalisée. Chaque simulation utilise une distribution différente des contraintes de rupture des fibres. A partir des sollicitations macroscopiques moyennes de « rupture », nous avons calculé la moyenne et l'écart type des contraintes pour chaque série de quinze simulations en fonction de la finesse du maillage (Tableau 9.3). Nous constatons un comportement asymptotique : la densité de ruptures de fibres reste constante ($\alpha \approx 0.0316$) au-delà d'une certaine taille de maille qui implique un comportement à rupture du matériau quasi-déterministe (l'écart type de la contrainte de rupture tend vers 0).

Pour la seconde étape de l'étude de convergence, la taille de la maille statistique est fixée ainsi que les valeurs des contraintes à rupture des fibres. La taille choisie pour la maille statistique est de 36 V.E.R. caractéristiques soit 10mm x 0.30mm x 0.30 mm. Ce choix résulte du fait que cette taille permet une discrétisation conduisant à un temps de calcul acceptable même pour des structures de taille importante. Pour ce maillage statistique de l'éprouvette, trois maillages par éléments finis ont été utilisés :

- le maillage, noté maillage 1, où le maillage par éléments finis et le maillage statistique sont confondus et les éléments du maillage par éléments finis sont linéaires (8 points de Gauss par élément) ;
- le maillage, noté maillage 2, identique au maillage 1 mais où les éléments sont quadratiques (20 points de Gauss par élément) ;
- le maillage, noté maillage 3, où chaque maille statique regroupe 8 éléments finis linéaires (8 points de Gauss par éléments).

La Figure 9.5 montre la perte de rigidité globale de l'éprouvette en fonction de la sollicitation macroscopique. Nous constatons que les trois courbes se superposent : la solution numérique ne dépend donc pas, de manière appréciable, de la discrétisation de la maille statistique.

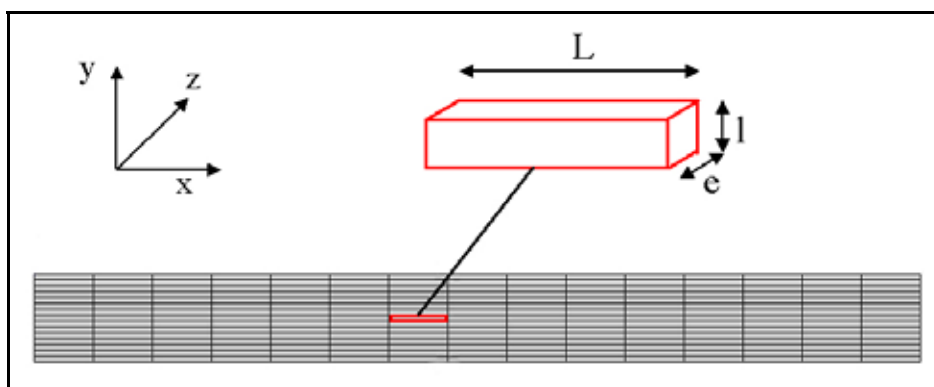


Figure 9.4 - Représentation d'un élément du maillage de l'éprouvette : V.E.R. caractéristique du composite

longueur en mm des éléments		L = 15	L = 10	L = 6
l = e = 1	σ_r moyen	1591.200	1581.071	1573.867
	$\Delta\sigma$ écart type	34.870	30.651	39.279
	Rigidité moyenne	0.958	0.956	0.955
	densité de rupture de fibres : α	0.0290	0.0306	0.0316
	$\Delta\alpha$ écart type	0.003	0.001	0.007
l = e = 0.5	σ_r moyen	1595.714	1592.800	1608.467
	$\Delta\sigma$ écart type	13.986	15.925	29.780
	Rigidité moyenne	0.956	0.955	0.957
	densité de rupture de fibres : α	0.0310	0.0316	0.0351
	$\Delta\alpha$ écart type	0.001	0.001	0.005
l = e = 0.3	σ_r moyen	1593.714	1598.929	1590.800
	$\Delta\sigma$ écart type	13.831	7.810	6.678
	Rigidité moyenne	0.956	0.956	0.956
	densité de rupture de fibres : α	0.0314	0.0313	0.0315
	$\Delta\alpha$ écart type	0.0007	0.0006	0.0007
l = e = 0.15	σ_r moyen	1597.100	1591.625	X
	$\Delta\sigma$ écart type	9.608	13.564	
	Rigidité moyenne	0.956	0.956	
	densité de rupture de fibres : α	0.0314	0.0311	
	$\Delta\alpha$ écart type	0.0012	0.0015	

Tableau 9.3 - Contrainte moyenne de rupture et écart-type en fonction de la taille des éléments du maillage d'une éprouvette de traction

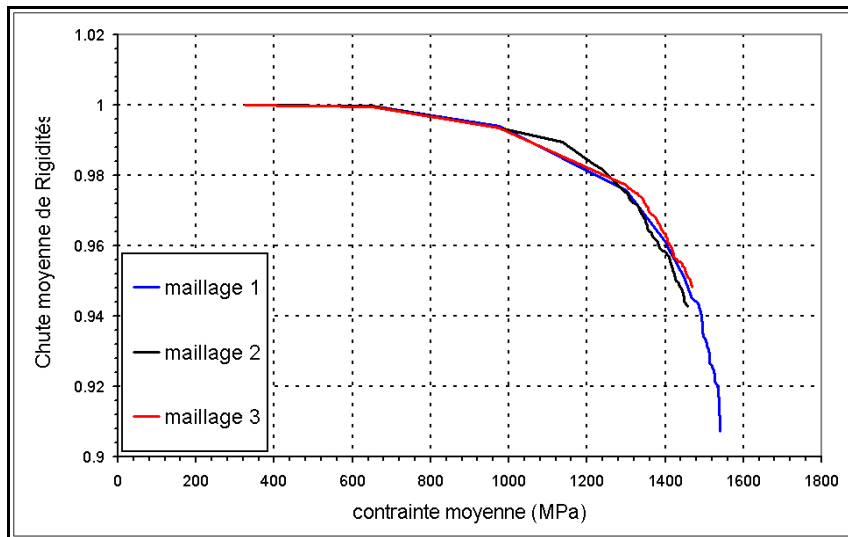


Figure 9.5 - Chute moyenne de rigidité pour les trois maillages distincts

3.3. Effet de la fonction de densité de défauts

Pour l'étude de l'influence de la fonction statistique, on rappelle que trois fonctions de densités de défauts ont été proposées :

- la fonction de Weibull estimée à partir des essais de tractions sur fibre unitaire, extrapolée pour une longueur de jauge de 0.5mm et 5mm ;
- la fonction sigmoïdale de Baxevanakis représentant un essai de multifragmentation, identifiée à partir des essais sur fibre unitaire.

Pour cette étude, nous avons fixé une taille identique de maille statistique et d'éléments finis de 0,15 x 0,15 x 10 mm pour une éprouvette de dimension 15 x 0,9 x 150 mm. Cette taille de maille est équivalente à 9 V.E.R.. Pour chacune des configurations de calcul (soit, les trois fonctions de densité de défauts et la prise en charge des mécanismes d'endommagement locaux), quinze simulations ont été réalisées.

Pour l'étude de l'effet de la fonction de densité de défauts nous nous limitons au modèle d'endommagement en tenant compte ni l'effet de transfert de charge, ni de la décohésion à l'interface fibre rompue/matrice, mais uniquement la dégradation progressive du composite avec l'accumulation de ruptures de fibres. La richesse de la loi d'endommagement ne modifiant en rien l'impact de la fonction de densité de défauts, les conclusions obtenues restent vraies. Pour les mêmes raisons invoquées dans l'étude de convergence, et dans l'objectif de comparer les effets de la fonction statistiques, nous prenons la valeur de sollicitation correspondant à une perte de 5 % de la rigidité globale de la structure.

Le Tableau 9.4 montre que :

- les contraintes de rupture obtenues pour une distribution de défauts estimée à partir de la fonction de Weibull extrapolée pour une longueur de jauge de 5mm ou sigmoïdale conduisent à des résultats équivalents ;
- les contraintes de rupture obtenues pour une distribution de défauts estimée à partir de la fonction de Weibull extrapolée pour une longueur de jauge de 0.5mm surestime de 50% la contrainte de rupture macroscopique du matériau.

Ces résultats confirment les observations expérimentales de Hitchon et Phillips [27] puisque les contraintes de rupture calculées pour la fonction de Weibull extrapolée à 5 mm et pour la fonction sigmoïdale sont du même ordre de grandeur. Par ailleurs, il est important de rappeler que les coefficients de la fonction sigmoïdale n'ont pas été identifiés directement à partir d'essais de multifragmentation mais ont été générés à partir des coefficients obtenus par Baxevanakis à partir d'essais sur la fibre T300 et de nos essais de traction sur la fibre T600S. Ceci explique la légère sous évaluation des contraintes de rupture par rapport à la fonction de Weibull extrapolée à 5 mm. Cette dernière est donc choisie pour la suite de notre étude comme fonction représentative de la statistique de rupture de la fibre au sein de notre composite unidirectionnel.

longueur en mm des éléments		Weibull 0.5mm	Weibull 5mm	Sigmoïdale
l = e = 0.15	$\sigma_{r \text{ moyen}}$	3478.267	2132.200	1820.385
	$\Delta\sigma_{\text{ecart type}}$	23.224	22.517	14.666
	Rigidité moyenne	0.952	0.933	0.933
	densité de fibres	0.0491	0.0508	0.0510
	$\Delta\alpha_{\text{ecart type}}$	0.001	0.004	0.002

Tableau 9.4 - Influence de la fonction de densité de défauts sur la contrainte de rupture de l'unidirectionnel

3.4. Résultats et comparaison avec la courbe d'émission acoustique dans le cas d'une traction uniaxiale jusqu'à rupture

Nous simulons une traction uniaxiale quasi-statique jusqu'à rupture sur une éprouvette tridimensionnelle de composite unidirectionnel. L'effet de la viscosité (augmentation des surcharges sur les fibres dues à la relaxation de la matrice) n'est pas pris en compte.

La Figure 9.6 montre que notre modélisation du comportement mécanique du composite unidirectionnel en traction uniaxiale jusqu'à rupture est conforme aux résultats expérimentaux : la pente de la courbe est quasiment conservée jusqu'à l'atteinte de la rupture (divergence du calcul). Les résultats récapitulatifs sont regroupés dans le Tableau 9.5. Nous constatons, en utilisant $K_{r \text{ max}}$, que l'accroissement de la finesse de prise en compte des effets de la rupture (accroissement du numéro du niveau) provoque une réduction de la contrainte de rupture de l'éprouvette. Le changement de niveau d'endommagement entraîne par rapport au niveau 1, respectivement une chute de 6 % pour le niveau 2 et de 9 % pour le niveau 3. Pour le niveau 3, une augmentation de la longueur de décohésion considérée n'a aucune influence sur le comportement à rupture du composite. Les mêmes calculs réalisés avec $K_{r \text{ moy}}$ montrent la suppression de l'effet des coefficients de transfert de charge (Tableau 9.5) avec pour conséquence de ne pas diminuer la contrainte de rupture du composite de manière significative.

Nous constatons également, qu'avec l'accroissement du niveau d'endommagement, la contrainte de rupture diminue effectivement mais le taux de fibres rompues et la rigidité moyenne pour les niveaux 2 et 3 sont similaires. La cartographie, présentée Figure 9.7 de la répartition des ruptures de fibres dans chacune des tranches de l'éprouvette de traction, à la rupture de l'éprouvette, montre que ces constatations ne sont pas contradictoires. En effet, nous observons une diminution de la contrainte de rupture due en fait à une amplification de la localisation de l'endommagement. L'effet de transfert de charge a tendance à réduire le nombre de ruptures de fibres nécessaires pour entraîner l'instabilité locale suffisante provoquant la ruine de la structure. En plus de cette cartographie, les cartographies de l'endommagement du composite par rupture de fibre sont données en Annexe 2 pour respectivement un chargement de 70, 80, 90 et 95 % de la charge à rupture de l'éprouvette. Elles illustrent avec l'augmentation de la charge, l'effet de localisation de l'endommagement en fonction du niveau d'endommagement considéré.

Raffinement du modèle	Résultats expérimentaux	Niveau 1	Niveau 2		Niveau 3	
			$K_{r \text{ max}}$	$K_{r \text{ moy}}$	$K_{r \text{ max}}$	$K_{r \text{ moy}}$
Contrainte de rupture (MPa)	2068.168	2189.533	2038.133	2160.000	1962.000	2150.333
$\Delta\sigma \text{ écart type}$	116.068	15.896	18.396	18.087	15.978	30.082
R/R_0	X	0.914	0.931	0.918	0.937	0.920
$\Delta R/R_0$		0.006	0.008	0.008	0.007	0.012

Valeurs numériques moyennes calculées sur les 15 simulations

Tableau 9.5 - Contraintes de rupture et écart type en fonction du niveau d'endommagement

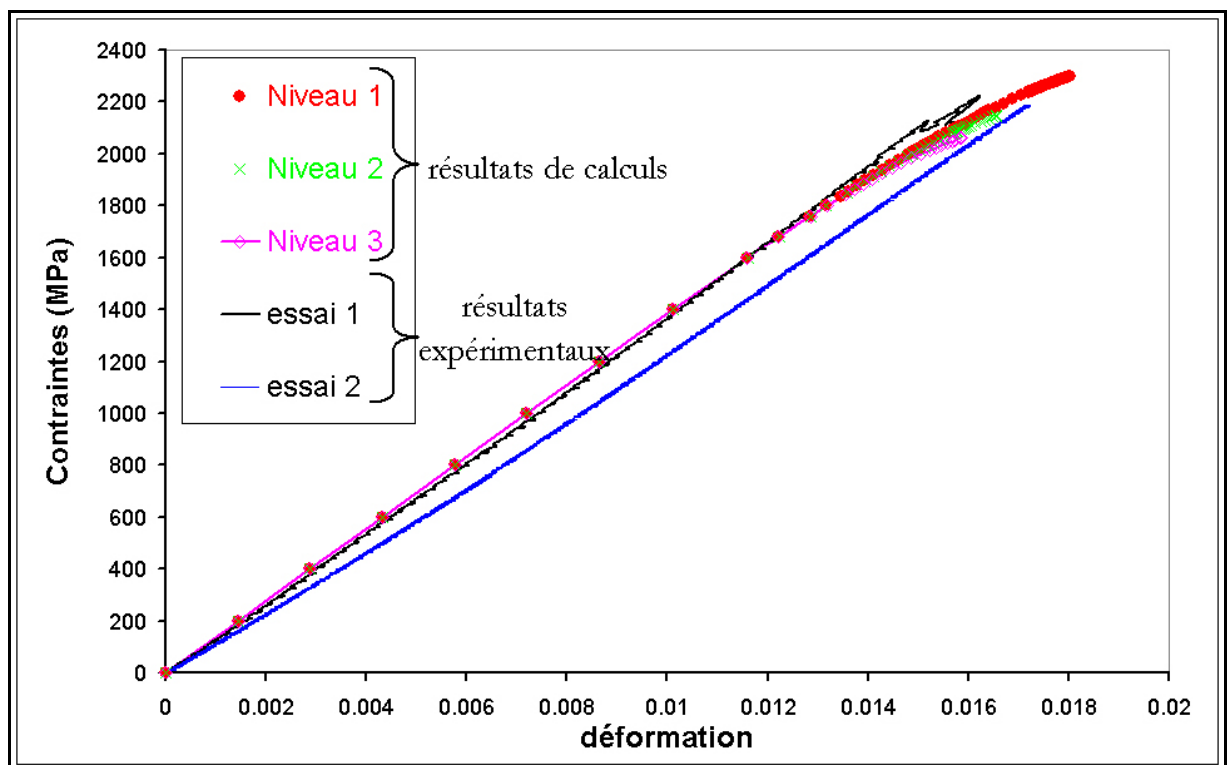


Figure 9.6 - Courbes de traction uniaxiale numériques et expérimentales du composite unidirectionnel pour un lissage avec K_{rmax}

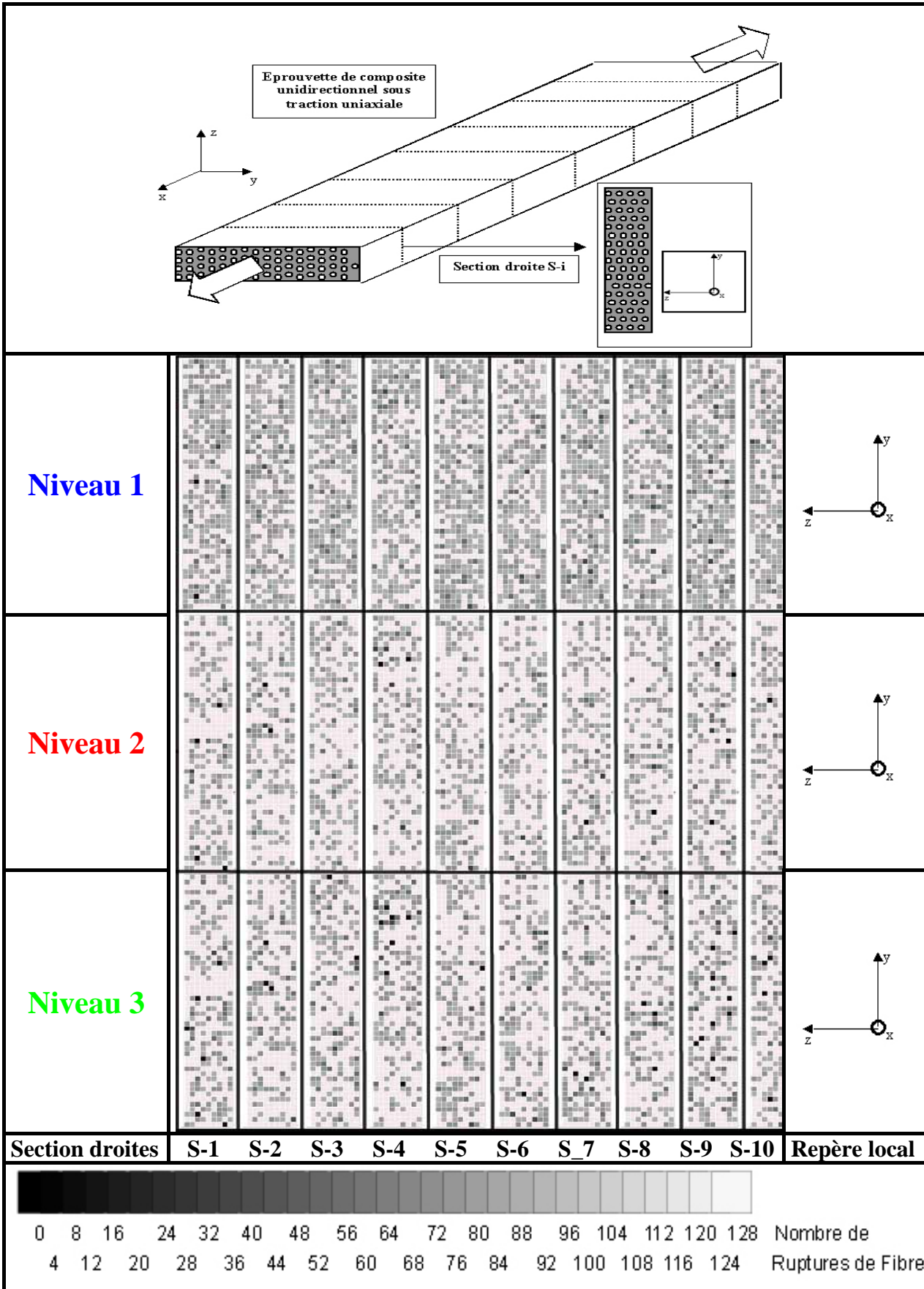


Figure 9.7 - Cartographies du nombre de ruptures de fibres à la rupture de l'éprouvette en fonction du niveaux de l'endommagement et de la section droite considérée

A partir des calculs réalisés pour chacun des niveaux et pour une statistique de ruptures de fibres donnée par la fonction de Weibull extrapolée à 5mm, nous avons construit la courbe donnant le nombre cumulé d'événements (un événement correspond à une rupture de fibre) en fonction de la sollicitation. Plus précisément, le mode de construction de cette courbe est le suivant :

- les événements comptabilisés sont ceux apparaissant dans les éléments finis appartenant à la zone coïncidant au volume délimité physiquement par les deux capteurs piézo-électriques, soit une zone de 100 mm de longueur ;
- compte tenu de la taille des éléments finis (4 V.E.R.), on multiplie par 4 le nombre de rupture de fibres par éléments pour comptabiliser le nombre cumulé de fibres rompues dans la zone de localisation.

Cette courbe construite, elle peut être comparée avec les courbes obtenues expérimentalement par émission acoustique. Rappelons que cette courbe expérimentale comptabilise, en fonction de la sollicitation, le nombre cumulé de salves localisées (une salve correspondant à un bruit supérieur à 40dB) dans la zone de l'éprouvette comprise entre les deux capteurs piézo-électriques. Cette courbe brute est prise comme représentative de l'accumulation des ruptures de fibres au sein du matériau. Dans la mesure où les analyses sur les paramètres des salves ne nous ont pas permis de séparer de manière simple les mécanismes autres que celui de la rupture de fibre. Nous supposons dès lors que les mécanismes de rupture de fibre sont majoritaires et donc que les événements enregistrés sont assimilables en grande partie à des ruptures de fibres.

Nous observons Figure 9.8, que les courbes simulées, indépendamment du niveau de la loi d'endommagement, s'inscrivent parfaitement dans la dispersion expérimentale. Le Tableau 9.6 récapitule et compare les résultats expérimentaux et de simulations. Nous constatons effectivement que la valeur à rupture moyenne, calculée pour les différents niveaux d'endommagement considérés permet de couvrir l'ensemble de la bande de dispersion expérimentale. Cette constatation nous incite à conclure que la rupture du composite unidirectionnel en traction uniaxiale n'est pas gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes modélisés mais que tous les mécanismes sont présents au sein du matériau. Cette affirmation est d'autant plus vraie, qu'au sein du matériau, l'organisation des constituants est éloignée du réseau périodique utilisé.

La dispersion obtenue numériquement se mesure quantitativement en terme de rupture de fibres. En effet, selon la zone de localisation, nous pouvons obtenir un écart type supérieure à 2500 fibres. Nous observons, indépendamment du niveau d'endommagement, un nombre cumulé moyen de rupture de fibres par unité de surface constant. Ce nombre décroît avec l'augmentation du niveau d'endommagement, illustrant l'effet de localisation de l'endommagement. Par contre, expérimentalement, nous constatons que le nombre cumulé de ruptures de fibres par unité de surface augmente avec la diminution de la distance entre les deux capteurs pour tendre vers une valeur proche de celle obtenue par simulation. Cette tendance peut s'expliquer expérimentalement par l'impossibilité de la chaîne d'émission acoustique de distinguer la multiplication des sources potentielles d'émission avec l'augmentation de la distance entre les deux capteurs. En effet, il n'est pas possible de garantir à chaque essai une liaison optimale entre la peau de l'éprouvette et les capteurs piézoélectriques. Par ailleurs, l'écart type expérimental demeure très important malgré la diminution de la zone de localisation, contrairement à celui obtenu pour les résultats numériques. Ces résultats illustrent le niveau de dispersion observable sur la Figure 9.8 et permet surtout de prendre un certain recul sur les conclusions hâtives que nous pourrions ou qui ont pu être tirées dans la littérature des courbes d'émissions acoustiques. A titre d'exemple, nous pouvons citer les travaux sur l'analyse des paramètres de l'émission acoustique qui ont conduit à dire que le mécanisme de rupture de fibre était inactif en dessous de 70 % de la contrainte de rupture.

En conclusion de ces simulations de traction uniaxiale jusqu'à rupture, nous pouvons retenir que les niveaux d'endommagement permettent une prédiction fiable de la contrainte de rupture du composite. Par ailleurs, il s'avère que la rupture est contrôlée à l'échelle des constituants par les mécanismes de report de charge et que l'ensemble des mécanismes étudiés semble présent au cours du processus d'accumulation de ruptures de fibres menant à sa rupture macroscopique. Ce processus multiéchelle ouvre de nombreuses perspectives pour le dimensionnement des structures compte tenu de la possibilité de quantifier l'endommagement du matériau en fonction de la contrainte macroscopique appliquée. De plus, il permet d'aborder sous un angle nouveau le suivi par émission acoustique de l'endommagement du composite par rupture de son renfort.

Raffinement du modèle	Niveau 1			Niveau 2			Niveau 3 (*)			Résultats expérimentaux		
Longueur de la zone localisée (mm)	100	50	20	100	50	20	100	50	20	100	50	20
Contrainte de rupture (MPa)	2189.533			2038.133			1962.000			2068.168		
$\Delta\sigma$ écart type	15.896			18.396			15.978			116.068		
RR_s	0.914			0.931			0.937			X		
ΔRR_s	0.006			0.008			0.007					
Nombre cumulé de rupture de fibres (Nrf)	25619	12810	5124	22091	11046	4418	21583	10791	4317	6502	5759	4296
écart type sur Nrf moyen	2041	1021	409	3005	1503	601	2608	1303	522	2033	1449	1913
Nombre cumulé de rupture de fibres par unité de volume (Nrf/mm ³)	51.2	51.2	51.2	44.2	44.2	44.2	43.2	43.2	43.2	12.4	22.3	41.8

Les valeurs numériques correspondent à la valeur moyenne calculée sur les 15 simulations pour K_f max

(*) longueur de décohésion de $3.5\mu\text{m}$

Tableau 9.6 - Contraintes de rupture et nombre de rupture de fibres en fonction du niveau d'endommagement et de la zone localisée

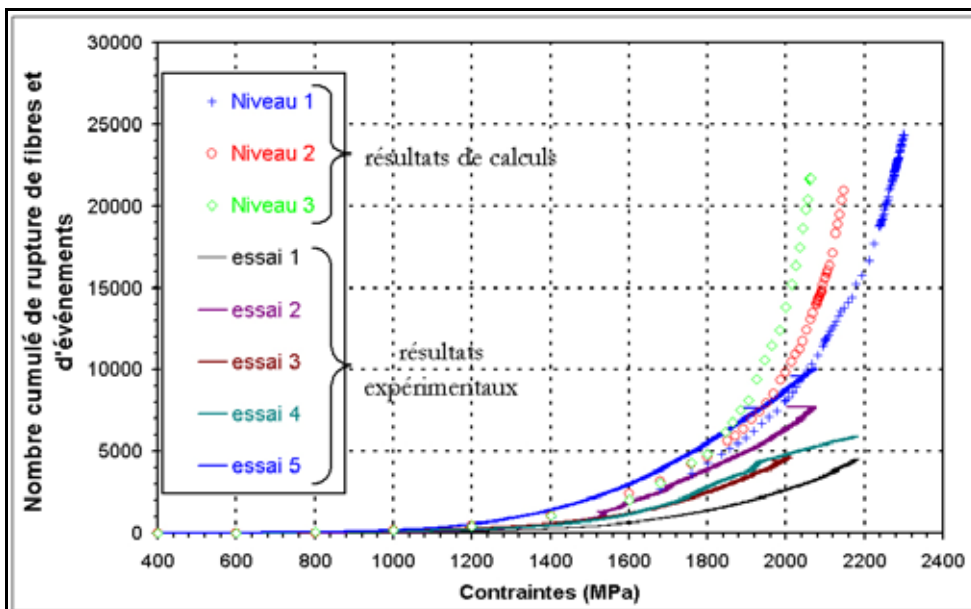


Figure 9.8 - Courbes d'émission acoustique expérimentale et numérique pour une zone de localisation de 100 mm dans le cas d'un essai de traction uniaxiale d'un composite unidirectionnel

4. Résultats et comparaison avec la courbe d'émission acoustique dans le cas du fluage sous traction uniaxiale

Nous simulons un essai de fluage sous traction uniaxiale sur une éprouvette de composite unidirectionnel. Dans ce cas, la viscosité de la matrice est prise en compte dans l'étape de la localisation. La fonction lissée des coefficients de transfert de charge dépend désormais du temps.

L'objectif est alors de démontrer la possibilité d'accumuler de ruptures de fibres supplémentaires dues à la relaxation de la matrice et donc de vérifier que l'activité acoustique enregistrée sous chargement statique est due à l'accumulation de ruptures de fibres.

Nous avons réalisé des séries de 15 simulations pour des états de contraintes constants correspondant respectivement à 75, 80, 85 et 90% de la charge. A l'instar de la Figure 9.9, qui reprend les résultats des 15 simulations pour les trois niveaux d'endommagement, pour une charge de fluage de 85% de la charge de rupture, est donné en Annexe 3 le même type de graphique pour des charges de fluages respectives de 75, 80 et 90% uniquement pour le niveau 2. Nous remarquons un écart variable de la simulation par rapport aux courbes expérimentales avec l'écart à la charge d'identification. Cet écart est directement imputable à la méthode inverse d'identification où les données expérimentales sont sources d'approximations non négligeables.

Le premier point à noter est qu'indépendamment du niveau de la loi d'endommagement, nous constatons une accumulation effective de rupture de fibres au sein du composite unidirectionnel par le seul mécanisme de relaxation des contraintes de cisaillement de la matrice.

Le second point important, des plus remarquables, est la reproduction de la dispersion expérimentale induit par le couplage entre la statistique de rupture de la fibre et l'évolution du transfert de charge en fonction du temps.

Le dernier point, et non le moindre, est que nous obtenons un profil de courbes d'accumulation de rupture de fibres simulée semblable à celles obtenues par émission acoustique et ceci indépendamment du niveau de la loi d'endommagement.

L'ensemble de ces points renforce l'hypothèse selon laquelle le composite unidirectionnel soumis à un chargement uniaxial constant continue de s'endommager par l'accumulation de ruptures de fibres. Cette accumulation de rupture de fibres est rendue possible par la combinaison des mécanismes de transfert de charge, les propriétés viscoélastiques de la matrice et la distribution de la résistance à rupture de la fibre.

En conclusion, nous pouvons retenir que le mécanisme de transfert de charge par relaxation des contraintes de cisaillement de la matrice justifiant la possibilité d'accumuler des ruptures de fibres, s'avère effectivement être en grande partie la source de l'activité acoustique constatée.

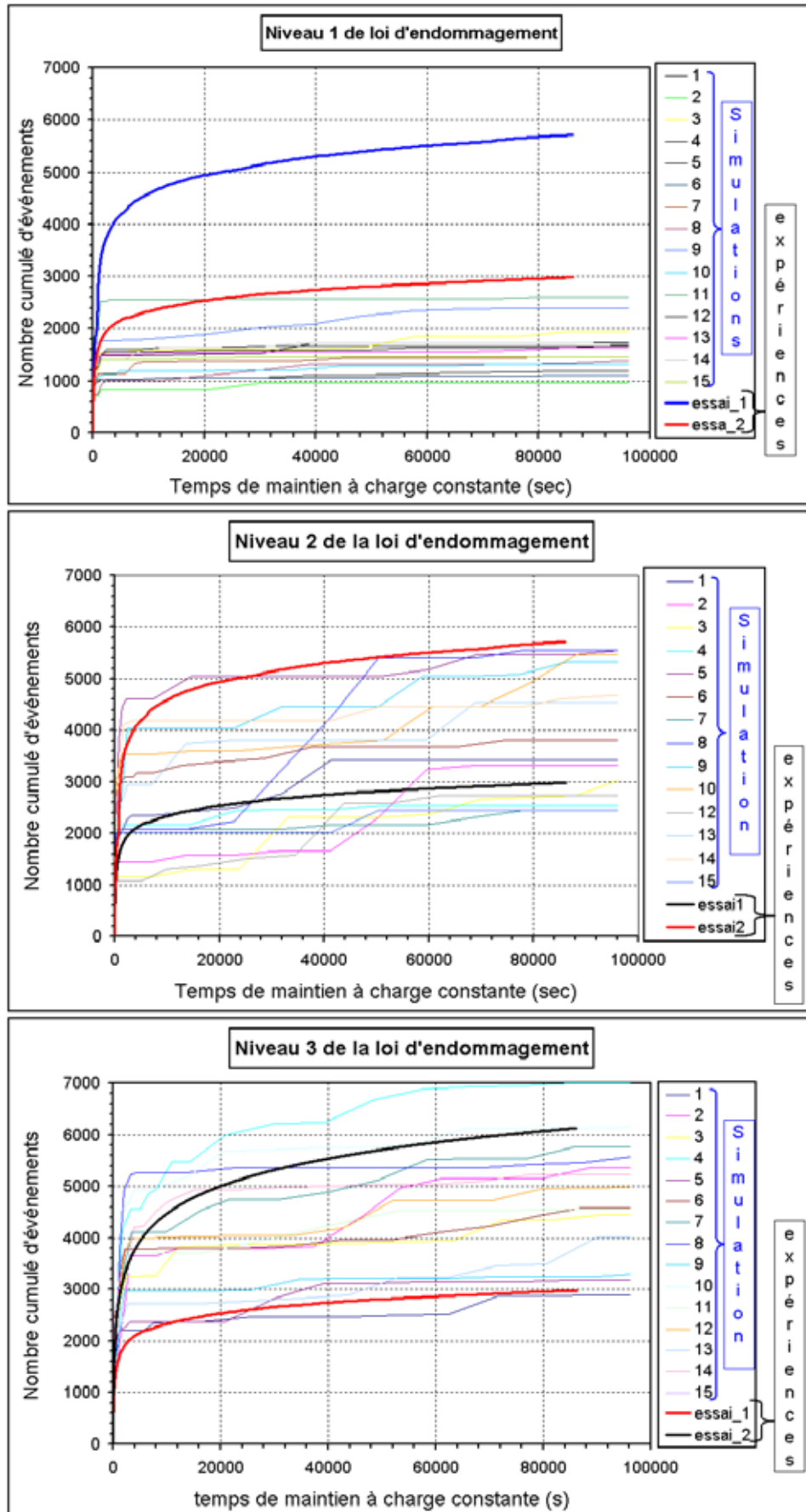


Figure 9.9 - Courbes d'accumulation de ruptures de fibres en fonction du niveau d'endommagement pour un chargement à 85 % de la charge de rupture

5. Résultats dans le cas du réservoir composite

5.1. Mise en données

Pour modéliser le réservoir, nous avons fait le choix d'utiliser :

- une taille de maille statistique et d'éléments finis de $0.10 \times 0.10 \times 15$ mm, soit un élément contient 4 V.E.R. ;
- la fonction de Weibull extrapolée à 5 mm ;
- le niveau deux de la loi d'endommagement, écrite avec $K_{r \max}$.

Le choix de taille de maille, compte tenu de la puissance des calculateurs à notre disposition, a conduit à ne considérer qu'un quart d'une tranche de réservoir d'épaisseur 10 mm. Ce choix est rendu possible par la symétrie du problème en terme de géométrie et de sollicitation. En effet, pour la réalisation du calcul, l'orientation (90° , 0° , 90° , 0°) par rapport à l'axe de révolution du cylindre, des différents plis du composite a été préférée à la stratification réelle (90° , $\pm 20^\circ$, 90° , $\pm 20^\circ$, 90°) dans la mesure où seuls les plis à 90° sont à même de s'endommager dans le cadre de notre modèle d'endommagement.

Les conditions limites doivent permettre la modélisation des conditions réelles de sollicitations du réservoir dans le cas d'une pressurisation jusqu'à la rupture et dans le cas d'un maintien sous pression constante. Ces conditions limites sur le maillage, (u_x , u_y , u_z) définissant les composantes de déplacement d'un nœud du maillage, sont (Figure 9.10) :

- $u_x = 0$ pour les nœuds du plan $x = 0$: ces conditions modélisent la symétrie géométrique par rapport au plan $x = 0$;
- $u_y = 0$ pour les nœuds du plan $y = 0$: ces conditions modélisent la symétrie géométrique par rapport au plan $y = 0$;
- $u_z = 0$ pour les nœuds du plan $z = 0$: ces conditions modélisent la symétrie géométrique par rapport au plan $z = 0$;
- une pression P appliquée sur la surface interne du maillage (nommé ici liner).

Pour la modélisation du comportement du liner en aluminium, nous avons choisi un modèle élasto-plastique de type Prager (écrouissage cinématique), où C est le module d'écrouissage ($C = 1035$ MPa) et R_0 la limite d'élasticité ($R_0 = 95$ MPa) pour un module d'Young ($E = 60$ GPa et $\nu = 0.3$). Ces caractéristiques ne correspondent pas aux propriétés de l'aluminium utilisé pour la réalisation de ce liner, mais étant donné que nous souhaitons uniquement démontrer la faisabilité d'un calcul de structure, ces caractéristiques sont suffisantes pour donner un ordre de grandeur de la pression de rupture du réservoir.

A titre indicatif pour ce calcul, le nombre de degrés de liberté atteint le chiffre de 52000 pour un temps de calcul de 60000 s.

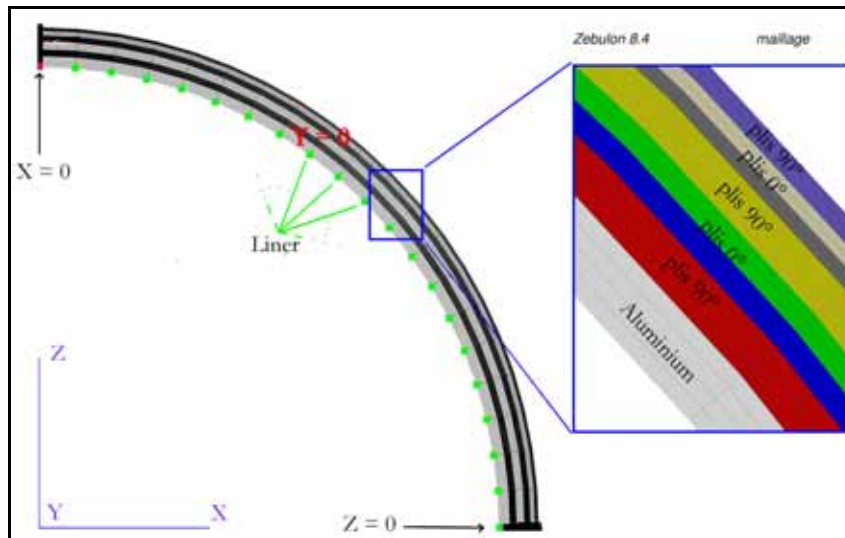


Figure 9.10 - Maillage du quart de tranche d'un réservoir et illustrations des conditions limites

5.2. Résultats de simulations

Nous simulons une pressurisation quasi-statique jusqu'à rupture. L'effet de la viscosité (augmentation des surcharges sur les fibres dues à la relaxation de la matrice) n'est pas pris en compte.

Conformément aux résultats de traction sur éprouvettes unidirectionnelles, nous retrouvons le même comportement des plis à 90° par rapport à l'axe du réservoir (Figure 9.11), à savoir la pente de la courbe est quasiment conservée jusqu'à l'atteinte de la rupture (divergence du calcul). La rupture de ces plis conditionne la rupture finale du réservoir. Ainsi, nous constatons que la rupture finale est initiée par la rupture du plis en contact avec le liner, phénomène lié à la légère diminution du champ de contraintes dans les plis à 90° avec l'éloignement du liner. Pour les dix simulations réalisées, la pression d'éclatement varie entre 681 et 715 bar. Nous rappelons que pour l'unique essai d'éclatement qui a pu être réalisé, la pression d'éclatement obtenue était de 676 bar. Les calculs sur le quart d'une tranche du réservoir faiblement épaisse (10 mm) montre déjà que la pression de rupture calculée est proche de la pression expérimentale d'éclatement. Ils démontrent dans le cas où le mode d'endommagement d'une structure composite complexe est gouverné essentiellement par la rupture de fibres qu'il est possible de prévoir la contrainte de rupture de celle-ci.

Concernant la courbe d'émission acoustique simulée (Figure 9.12), nous observons dans les plis à 90°, conformément à ce que l'on attend, une évolution de type exponentielle en fonction de l'augmentation de la pression interne du réservoir. Pour le domaine considéré et pour l'ensemble des plis à 90°, le nombre cumulé de ruptures de fibres, à rupture varie entre 35000 et 50000 sur les dix simulations. Si le volume considéré est représentatif de l'endommagement au sein du réservoir alors pour la partie cylindrique du réservoir, le nombre total de rupture de fibres atteindrait une valeur comprise entre 145 et 200 millions de fibres rompues, soit plus que le nombre de fibres présentes réellement dans le réservoir : (1000 mm (longueur de la partie cylindrique du réservoir) x 4 (car le calcul considère un quart de tranche) x nombre de fibres rompues du volume). Cette incohérence signifie que le volume considéré n'est pas représentatif. Il n'est donc pas possible d'en extrapoler le nombre cumulé de fibres rompues jusqu'à la rupture du réservoir. L'effet structure ne peut être négligé et nécessite pour connaître ce nombre de modéliser un volume plus important du composite.

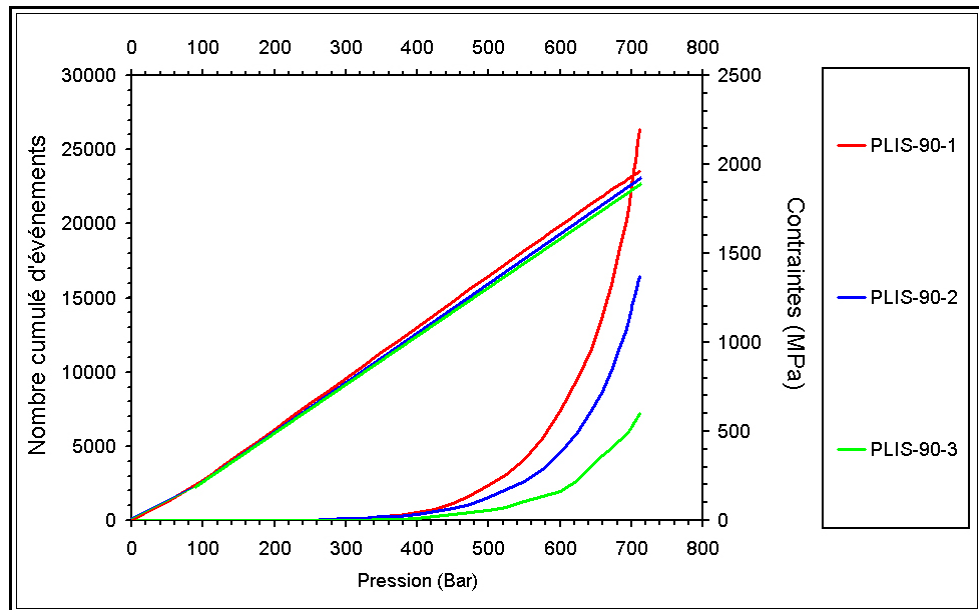


Figure 9.11 - Contraintes et nombre cumulé de ruptures de fibres dans les plis à 90° d'un quart de tranche d'un réservoir de faible épaisseur

La simulation d'essai de maintien à pression constante montre le même comportement du composite que celui observé sur éprouvette unidirectionnelle et aboutit à la même conclusion que précédemment, à savoir que le nombre cumulé de ruptures de fibres pour le volume considéré ne permet pas d'en déduire le nombre correspondant pour le réservoir.

En conclusion, la mise en place d'un procédé multiéchelle basé sur les mécanismes de transfert de charge à l'échelle des constituants permet par la prédiction du comportement à rupture de composite unidirectionnel de démontrer leur implication directe dans le comportement macroscopique du matériau. La reconstruction de la courbe d'émission acoustique révèle que l'activité enregistrée sous sollicitation est à l'origine de l'accumulation de ruptures de fibres. A partir de cette justification des mécanismes responsables de l'accumulation de ruptures de fibres et donc du vieillissement naturel de la structure en service, il peut donc être envisagé d'utiliser la technique de l'émission acoustique comme un moyen de suivre la cinétique d'endommagement du composite en fonction du temps. La partie suivante est donc consacrée au développement d'un protocole de contrôle et de qualification de composite unidirectionnel carbone/époxy applicable aux réservoirs composite.

- [1] Rosen B. W., Tensile failure of fibrous composites, *AIAA Journal*, vol. 2, 1964, pp. 1985-1991.
- [2] Weibull W., A statistical distribution function of wide applicability, *Journal of Applied Mechanics*, vol. 9, 1951, pp. 293-296.
- [3] Zweben C., Tensile failure of fibers composites, *AIAA Journal*, vol. 6, 1968, pp. 2325-2331.
- [4] Hedgepeth J.M., Stress concentrations in filamentary structures, *Rapport*, NASA TN D-882, Langley Research Center, 1961.
- [5] Harlow D.G. & Phoenix S.L., The chain-of-bundles probability model for the strength of fibrous materials I : Analysis and conjectures, *Journal of Composite Materials*, vol. 12, 1978, pp. 195-213.
- [6] Harlow D.G. & Phoenix S.L., The chain-of-bundles probability model for the strength of fibrous materials II : A Numerical study of convergence, *Journal of Composite Materials*, vol. 12, 1978, pp. 314-334.
- [7] Harlow D.G. & Phoenix S.L., Probability distributions for the strength of composite materials I: two-level bounds, *International Journal of Fracture*, vol. 17, 1981, pp. 347-372.
- [8] Harlow D.G. & Phoenix S.L., Probability distributions for the strength of composite materials, II : a convergent sequence of tight bounds, *International Journal of Fracture*, vol. 17, 1981, pp. 601-630.
- [9] Scop P.M. & Argon A.S., Statistical theory of strength of laminated composites, *Journal of Composite Materials*, vol. 1, 1967, pp. 92-99.
- [10] Scop P.M. & Argon A.S., Statistical theory of strength of laminated composites II, *Journal of Composite Materials*, vol. 3, 1969, pp 30-47.
- [11] Oh K.P., A Monte Carlo study of the strength of unidirectional fiber-reinforced composites, *Journal of Composite Materials*, vol. 13, 1979, pp. 311-327.
- [12] Batdorf S.B., Tensile strength of unidirectionally reinforced composites – I, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 1, April 1982, pp. 153-164.
- [13] Batdorf S.B., Tensile strength of unidirectionally reinforced composites – II, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 1, 1982, pp. 165-176.
- [14] Hedgepeth J.M. & Van Dyke P., Local stress concentrations in imperfect filamentary composite materials, *Journal of Composite Materials*, vol. 1, 1967, pp. 294-309.
- [15] Wisnom M.R., Green D., Tensile failure due to interaction between fibre breaks, *Composites*, 26, 1995, pp. 499-508.
- [16] Nedele M.R. & Wisnom M.R., Three dimensional finite element analysis of the stress concentration at a single fibre break, *Composites Science and Technology*, 1994, 51, pp. 517-524.
- [17] Nedele M.R. & Wisnom M.R. Stress concentration factors around a broken fibre in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy, *Composites*, 1994, 25, pp. 549-557.
- [18] Baxevanakis C., Comportement statistique à rupture des composites stratifiés, *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 14 Décembre 1994.
- [19] Foret G., Effets d'échelle dans la rupture des composites unidirectionnels, *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 19 Octobre 1995.
- [20] Landis C.M., Beyerlein I.J., McMeeking R.M., Micromechanical simulation of the failure of fiber reinforced composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 48, 2000, pp. 621-648.
- [21] Landis C.M. & McMeeking R.M. Stress concentrations in composites with interface sliding, matrix stiffness and uneven fiber spacing using shear lag theory, *International Journal of Solids and Structures*, 1999, 36, 4, pp. 4333-4361.
- [22] Curtin W.A., Dimensionality and size effects on the strength of fiber-reinforced composites, *Composites Science and Technology*, vol. 60, 2000, pp. 543-551.

- [23] Curtin W.A. & Ibnabdeljalil M., Strength and reliability of fiber-reinforced composites : localized load-sharing and associated size effects, International Journal of Solids and Structures, vol. 34, 1997, pp. 2649-2668.
- [24] Phoenix S.L., Statistical issues in the fracture of brittle matrix fibrous composites, Composite Science and technology, vol. 48, 1993, pp. 65-80.
- [25] Cox H.L., The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, British Journal of Applied Physics, vol. 3, 1952, pp. 72-79.
- [26] Schieffer A., Modélisation multiéchelle du comportement thermo-mécanique des composites à matrice organique et prise en compte des effets du vieillissement thermique, Thèse de doctorat, Université de technologie de Troyes, 2002.
- [27] Hitchon J.W. & Phillips D.C., The dependence of the strength of carbon fibres on length, Fibre Science and Technology, vol. 12, 1979, pp. 217-233.

Partie 4

Industrialisation

Chapitre 10 - Proposition d'une méthode de contrôle et de qualification des réservoirs composites bobinés en carbone/époxy

Pour conclure cette étude, en réponse à la problématique posée par le Gaz de France, l'objectif de ce chapitre est de proposer et valider une méthode de contrôle et de qualification, fiable et applicable aux réservoirs composite. Son but est de prédire la durée de vie résiduelle après une période de service afin de valider ou de rejeter la structure.

1. Comment estimer la durée de vie résiduelle d'un réservoir composite ?

L'estimation de la durée de vie d'une structure nécessite d'avoir accès en premier lieu à sa cinétique d'endommagement et en second lieu, d'avoir une idée précise sur la valeur de l'endommagement à ne pas dépasser. Une fois ces deux conditions remplies, il faut prendre en compte les contraintes de service inhérentes à la méthode. Elle se doit d'être fiable et de ne pas nécessiter le démontage des réservoirs en vue d'un temps minimum d'immobilisation des bus. Elle doit également permettre l'acceptation ou le rejet du réservoir jusqu'au prochain contrôle.

Les investigations menées au cours de cette étude ont permis de valider les hypothèses sur les mécanismes d'endommagement par accumulation de ruptures de fibres et de démontrer l'intérêt d'utiliser l'émission acoustique. Dès lors, le modèle initialement proposé par Bunsell et al. [1, 2, 3], développé sur matériau unidirectionnel et basé sur le fait que l'émission acoustique enregistrée provient d'un phénomène irréversible directement relié à l'endommagement du matériau, uniquement par rupture de fibres, devient incontournable.

Le modèle essaie de faire la synthèse entre deux théories différentes de l'endommagement du carbone/époxy. La première assimile le matériau composite à un simple faisceau de fibres pour lequel seule la charge maximale appliquée intervient. La seconde considère essentiellement une cinétique de dégradation, pour laquelle la charge instantanée n'est qu'un facteur d'activation, où le comportement viscoélastique de la résine intervient, ainsi que la décohésion fibre/matrice.

Ainsi sous charge constante, le matériau continue d'émettre suivant une fonction qu'on peut écrire sous la forme [1] :

$$N = \frac{A}{1-n} \left[(t + \tau)^{1-n} - \tau^{1-n} \right] \quad \text{avec } n \leq 1$$

où N le nombre total d'évènements depuis l'atteinte de la charge de fluage, t le temps, τ une constante de temps et A un paramètre qui dépend uniquement de la contrainte appliquée.

Il est alors possible de définir, pour un chargement donné, une courbe maîtresse d'émission acoustique (fonction du coefficient A). Cette courbe maîtresse donne le nombre d'évènements, en fonction du temps, produits par un réservoir dont la durée de vie maximale correspondrait au temps d'utilisation souhaité (10, 15 ou 20 ans avec une certification tous les 5 ans).

La comparaison du taux d'émission acoustique mesuré d'un réservoir à certifier, avec cette courbe-maîtresse, doit établir si sa durée de vie résiduelle est suffisante pour autoriser une durée d'exploitation de 5 ans supplémentaires.

Les grandes lignes du protocole étant dressées, définissons la procédure mise en place pour la construction des courbes maîtresses.

2. Obtention de la cinétique d'endommagement limite des réservoirs : construction du réseau de courbes maîtresses

La construction des courbes maîtresses est réalisée sur un lot de réservoirs représentatifs d'une même série de fabrication. Dans notre cas, trois réservoirs ont été utilisés. Notons que la législation impose que tous les réservoirs susceptibles d'être mis en service (donc, entre autres, ceux que nous utilisons pour nos essais) aient subi l'épreuve de timbrage à 1,5 fois la pression de service (soit ici 300 bar).

2.1. Proposition d'un seuil de rejet

Le seuil de rejet est défini, littéralement, comme un nombre d'événements cumulés à ne pas dépasser en cours d'utilisation, au risque d'obtenir une probabilité de rupture en service non négligeable de la structure composite. Il suggère donc de connaître le nombre d'événements cumulés à rupture de la structure à contrôler. Ce nombre ne peut pas être précisément évalué pour chaque structure à contrôler. Cependant, le suivi par émission acoustique d'un essai de chargement jusqu'à rupture d'un des réservoirs du lot, représentatif de la série, permet d'en donner un ordre de grandeur satisfaisant. Dès lors, pour s'octroyer une marge de sécurité suffisante (qui englobe la dispersion du comportement à rupture et l'incertitude sur le nombre réel d'événements à rupture), il est nécessaire d'introduire un coefficient de sécurité.

Par conséquent, le seuil de rejet, noté S_R , est donc le rapport du nombre estimé d'événements cumulés à rupture, noté N_L , sur le coefficient de sécurité, noté S , à fixer :

$$S_R = \frac{N_L}{S}$$

2.2. Construction du réseau de courbes maîtresses

La procédure se décline en six étapes distinctes :

- détermination de la cinétique d'endommagement du réservoir pour une charge donnée. Cette étape consiste à réaliser le suivi par émission acoustique des essais de fluage à la pression maximale d'utilisation (200 bar). Partant du principe que l'accumulation d'événements en fonction du temps suit une courbe logarithmique, la durée T d'écoute est propre à chaque réservoir et correspond à l'atteinte de cette forme d'évolution. Pour notre étude, la durée est de 48 heures (au minimum) (Figure 10.1) ;

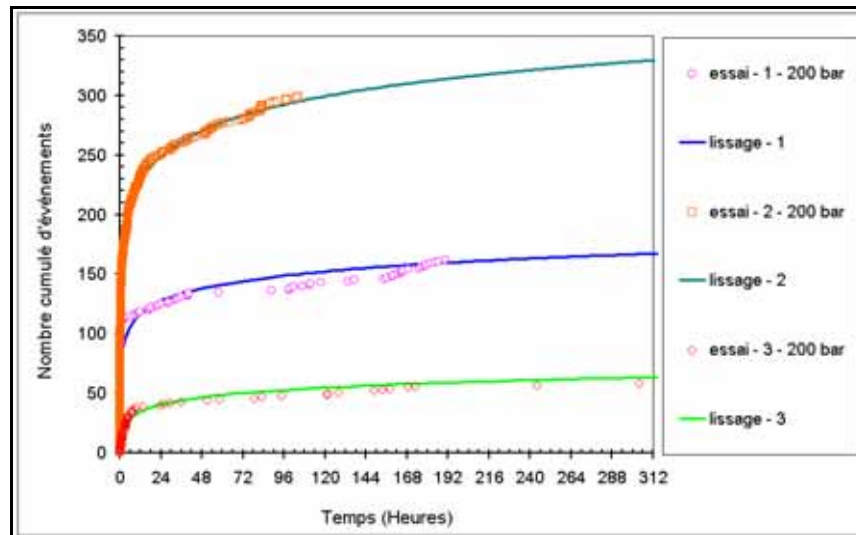


Figure 10.1 - Lissage des courbes d'accumulation d'événements de réservoirs sous fluage à 200 bar

- lissage de la courbe d'accumulation d'événements en fonction du temps. Cette étape consiste à l'aide d'une méthode d'optimisation standard à définir pour chacun des réservoirs considérés les paramètres de la fonction de lissage (Tableau 10.1) de manière à pouvoir extrapoler les courbes d'accumulation d'événements pour la période réglementaire de service des réservoirs. Lors de l'identification de ces paramètres, la valeur du coefficient n est fixé à 0,99 puisqu'un seul mécanisme d'endommagement actif est présent : la rupture de fibres ;

essais	Paramètre A	Paramètre n	Paramètre τ
1	27.8	0.99	21
2	13.63	0.99	14.03
3	8.298	0.99	14.06
moyenne	16.576	0.99	16.36

Tableau 10.1 - Identification des paramètres de la fonction de lissage et choix des coefficients A pour les courbes maîtresses

- définition de la dispersion expérimentale. Cette étape consiste, à partir du lissage précédent, à définir des couples (A, τ) qui vont être utilisés pour l'obtention de la dispersion expérimentale. Deux couples de paramètres sont retenus, le couple moyen qui n'est autre que la moyenne arithmétique des paramètres (sur les 3 essais) et le couple ayant les valeurs les plus faibles. Le premier couple donne la limite haute et le second la limite basse. Les couples $(A, \tau)_{\text{moy}}$ et $(A, \tau)_{\text{min}}$ ainsi définis, sont retenus pour la construction des courbes maîtresses haute et basse, délimitant la zone de dispersion expérimentale (Tableau 10.1). Le choix de prendre la moyenne arithmétique à la place du couple de paramètres ayant les valeurs les plus élevées est volontaire et permet ainsi de s'octroyer, en plus du coefficient de sécurité, une marge de confiance supplémentaire ;
- construction des courbes maîtresses. Cette étape consiste à partir du couple de paramètres $(A, \tau)_{\text{moy}}$ à déterminer la valeur du paramètre n_T tel que la fonction de lissage intercepte la valeur seuil de rejet S_R pour la période de service D_S initialement prévue pour le réservoir. La courbe ainsi définie, constitue la limite haute de la cinétique d'endommagement acceptable pour le réservoir, pour la période concernée. La limite basse est obtenue par le tracé de la courbe de lissage avec les paramètres $[(A, \tau)_{\text{min}}, n_T]$. Pour une durée de service de 20 années et un coefficient de sécurité de 5 (soit pour $NL = 2$ millions, $S_R = 400000$), la valeur de n_T est de 0,54 (Figure 10.2) ;

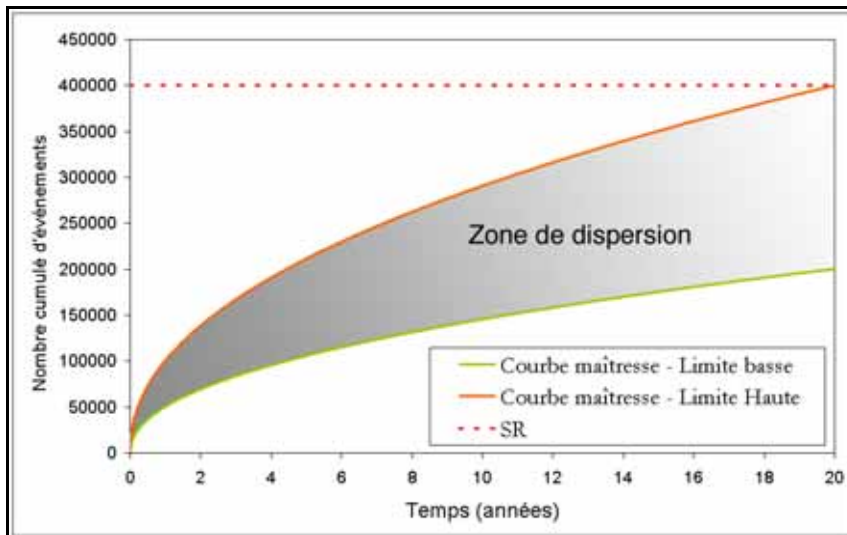


Figure 10.2 - Construction des courbes maîtresses fixant les limites haute et basse de la dispersion

- intégration de la durée limitée et de la périodicité du contrôle. Les contraintes d'exploitation des bus autorisent une période d'immobilisation limitée ne pouvant excéder 24 heures et la législation exige un contrôle périodique (au maximum tous les 5 ans). Ces contraintes ont conduit à définir des courbes maîtresses propres à la période de re-qualification et à la durée de mesure autorisée. En clair, à chaque contrôle, on définit un couple de courbes maîtresses pour la durée de qualification souhaitée. Ainsi, pour une durée d'utilisation D_U , de contrôle D_C et de qualification D_Q , les courbes maîtresses correspondantes sont définies pour une durée de service $D_S = D_U + D_Q$, soit pour un paramètre $n_T = n_{(D_U + D_Q)}$. Ces courbes définissent, compte tenu de D_U , de D_C et de D_Q , la plage acceptable d'événements cumulés pour la période de validation de la structure. Au final, pour valider une structure pour 20 années de service, pour D_Q égale à 5 années et D_C égale à 24 heures, quatre couple de courbes maîtresses sont nécessaires (Figure 10.3) ;

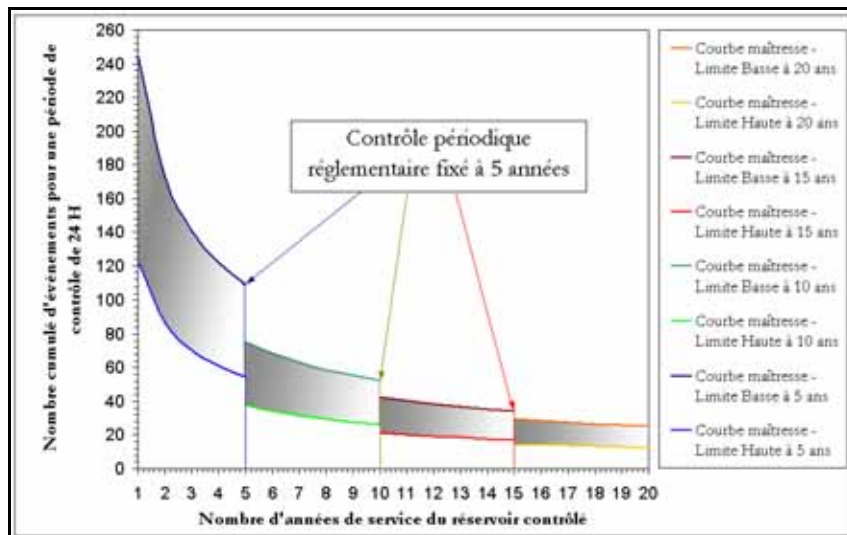


Figure 10.3 - Courbes maîtresses adaptées à la durée et la périodicité du contrôle

- acceptation ou rejet de la structure pour la poursuite de son utilisation sur une période D_Q . Une comparaison directe du nombre d'événements obtenus, durant la période de contrôle D_C , à la valeur donnée par le couple de courbes maîtresses correspondant donne un choix ternaire quant à la réponse (Figure 10.4) :

- si ce nombre est inférieur à la limite basse des courbes maîtresses (zone de qualification), le réservoir est maintenu en service jusqu'au prochain contrôle ;
- si ce nombre est supérieur ou égal à la limite haute des courbes maîtresses (zone de rebut), le réservoir doit être remplacé ;
- si ce nombre appartient à la plage de dispersion (zone de suivi), définie par les deux courbes maîtresses, ce réservoir devra subir un contrôle intermédiaire égal à la demi-période légale de contrôle.

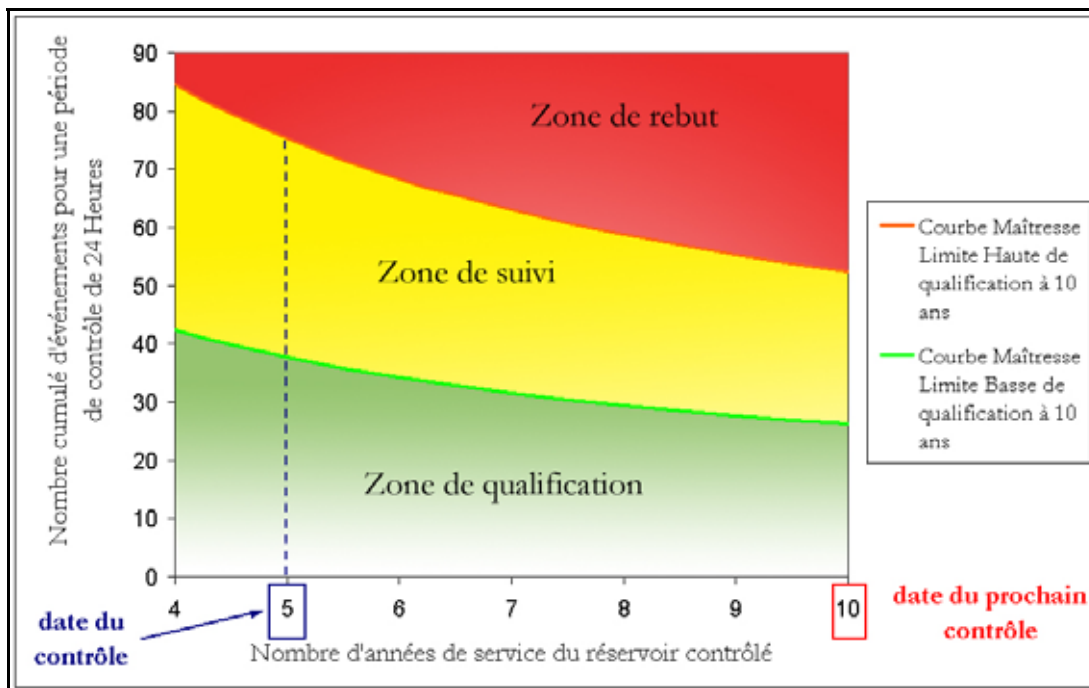


Figure 10.4 - Courbes de qualification à 10 ans ou de rejet d'un réservoir contrôlé après 5 années de service pour une durée de contrôle de 24 heures

Il est bien évident que la procédure décrite est loin d'être figée et sera certainement affinée dans le temps. Mais, pour l'heure, elle donne les grandes lignes d'une procédure de contrôle et de qualification des réservoirs, qui a le mérite de pouvoir répondre à une question fondamentale et rédhibitoire, à savoir « le réservoir peut-il encore être maintenu en service sans risque ? ». Pour clore cette étude et valider ce protocole, la vérification de sa faisabilité reste à vérifier, dans des conditions proches des contraintes de service sur site : le chapitre suivant présente le contrôle simultané d'un berceau complet de réservoirs en circulation depuis cinq années et leur certification pour cinq nouvelles années d'utilisation.

Chapitre 11 - Mise en pratique du protocole de qualification de réservoirs carbone/époxy bobinés en service sur bus

Cette étude ne serait être complète sans la réalisation d'un contrôle de réservoirs G.N.V. dans des conditions les plus proches possibles d'un contrôle en cours d'industrialisation. Pour ce faire, une première phase de vérification de la faisabilité en laboratoire a été nécessaire avant d'aboutir au contrôle d'un berceau de réservoir d'un bus en circulation depuis 5 années.

1. Vérification de la faisabilité du protocole dans les conditions de laboratoire

Il est important de rappeler, ici, que le protocole a été développé pour déterminer la durée de vie de composites carbone/époxy soumis à un chargement uniaxial constant. Dans le cas des réservoirs carbone/époxy bobinés, nous avons donc fait les hypothèses suivantes :

- le bobinage des fibres sur le liner conduit à un état de sollicitation uniaxiale des fibres ;
- l'endommagement par rupture de fibres est le mode d'endommagement des réservoirs ;
- l'émission acoustique permet de comptabiliser cette accumulation de ruptures de fibres au cours du temps sous pression constante.

On a vérifié (Chapitre 7, § - 5.2), en effet, que le comportement acoustique d'un réservoir soumis à un chargement constant donne le même type de comportement que celui observé sur éprouvette. Désormais, il est nécessaire d'avoir accès à des données à plus long terme. Pour cela, nous avons à notre disposition deux réservoirs soumis à une pression de 200 bar depuis 2 ans. Ces essais longs vont nous permettre d'obtenir des informations sur la cinétique d'endommagement des réservoirs sur des longues périodes de temps.

Dans le cadre de l'application du protocole de contrôle et de qualification, un contrôle de 24 heures a été réalisé sur les deux réservoirs à intervalles plus ou moins réguliers (Tableau 11.1) afin de relever le nombre d'événements cumulés. Le contrôle a toujours été réalisé selon le même processus opératoire, à savoir une descente à pression nulle, suivie d'une montée à 200 bar puis d'un palier de 24 heures, le tout suivi par émission acoustique et enfin l'arrêt de l'enregistrement et le maintien à 200 bar jusqu'au prochain contrôle.

Les nombres d'événements cumulés sont reportés sur le diagramme de qualification à 20 ans (Figure 11.1). Ainsi, pour le tracé des courbes maîtresses, nous avons considéré une qualification des réservoirs pour une période de 20 années de service et pour un coefficient de sécurité de 5 ($D_U = 3, 6, 12, 16$ et 22 mois, $D_Q = 20$ ans, $D_C = 24$ heures, $S_R = 400000$).

Il apparaît que les réservoirs testés ont un comportement stabilisé et d'après la position des différents points de contrôle (Figure 11.1), sont aptes à une utilisation en fluage pour les 20 années prévues. Ce choix de prédiction à 20 ans (durée d'utilisation légale des réservoirs) est voulu, dans la mesure où il permet de démontrer toute la puissance du modèle. Toutefois, dans le cadre d'une utilisation industrielle des réservoirs, il est bien entendu nécessaire de réaliser des prévisions à plus court terme (typiquement 3 à

5 ans) pour vérifier que la structure n'a pas subi d'incidents non identifiés pendant son utilisation (chocs, erreur de remplissage, ...).

La conclusion de ce suivi d'endommagement montre que les protocoles de contrôle et de qualification des réservoirs s'avèrent effectivement en mesure de prévoir la cinétique d'endommagement du composite et de justifier la poursuite de l'utilisation du réservoir.

L'étape suivante consiste à appliquer ce protocole sur des réservoirs en service sur bus depuis une longue période (5 ans) et simuler une qualification de ces réservoirs pour une période donnée.

Contrôle après	3 mois de fluage	6 mois de fluage	12 mois de fluage	16 mois de fluage	22 mois de fluage
Réservoir 1	49	44	20	11	8
Réservoir 2	22	14	29	5	1

Tableau 11.1 - Nombre d'événements enregistrés à chaque palier de contrôle d'une durée de 24 heures à 200 bar

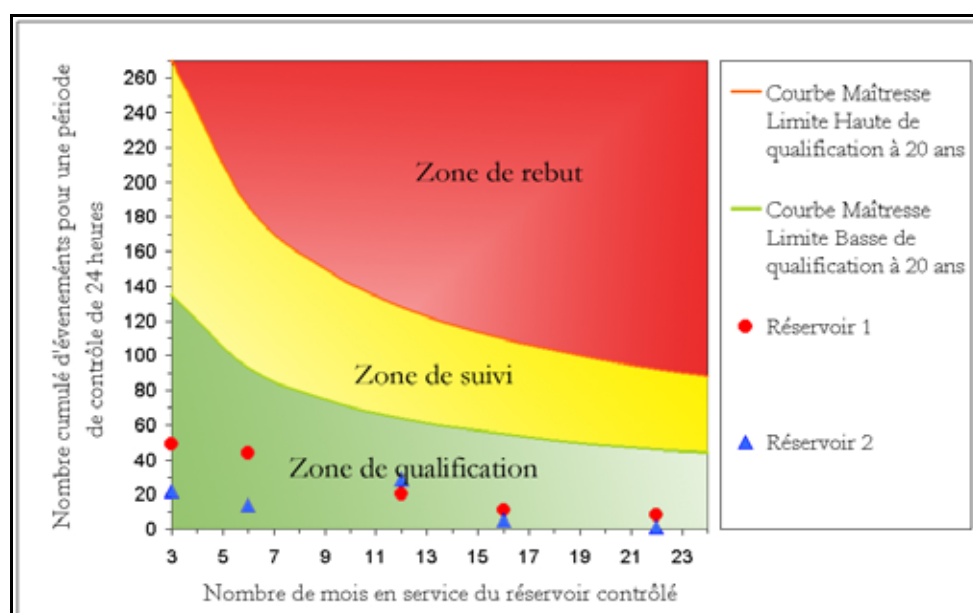


Figure 11.1 - Positionnement des points de contrôle dans le réseau de courbes maitresses à 20 ans pour une durée de contrôle de 24 heures

2. Faisabilité du protocole dans les conditions industrielles d'exploitation

Pour finaliser cette étude, il est important de vérifier la faisabilité du protocole dans des conditions stipulées par le cahier des charges initial, en terme des conditions de mise en œuvre et d'exigences de détection. Ainsi, nous avons procédé à la réalisation d'un contrôle simultané des 8 réservoirs d'un bus en service depuis 6 années pour une qualification à 10 ans.

2.1. Rappels du cahier des charges

Les conditions de mise en œuvre imposent que le contrôle s'effectue sans démontage (du berceau des réservoirs et des réservoirs). Le contrôle doit s'effectuer sur le bus, limitant de ce fait l'accès au demi-cylindre supérieur et aux deux faces avec embouts et ceci sans dépasser le cadre légal d'utilisation des réservoirs sur le bus (mise en pression, température...).

Les exigences de détection stipulent que le contrôle doit aboutir à une acceptation ou un rejet du réservoir testé. Cette exigence est fondée sur une maîtrise des mécanismes d'endommagement pouvant mener à la destruction du réservoir.

Il apparaît que la méthode développée est en mesure de satisfaire pleinement toutes les exigences de mise en œuvre, dans la mesure où le choix de l'émission acoustique a été motivé en partie par cet aspect (les deux capteurs sont placés sur une même génératrice).

Les exigences de détection sont aussi respectées à condition qu'il soit possible d'affirmer que les événements enregistrés correspondent à des ruptures de fibres. Un grand soin a été donné à la recherche et à la justification des mécanismes à l'origine de l'accumulation d'endommagement par ruptures de fibres et il s'avère, pour ce type de réservoir, que cette condition est remplie.

2.2. Application du protocole de contrôle et de qualification à un bus

Nous avons enregistré simultanément l'activité acoustique des 8 réservoirs du bus, sous une pression de 200 bar pendant une durée de 12 heures.

Les nombres d'événements cumulés au cours du contrôle sont reportés sur le diagramme de qualification à 10 ans (Figure 11.2). Ainsi, pour le tracé des courbes maîtresses, nous avons considéré une qualification des réservoirs pour une période de 10 années de service pour un coefficient de sécurité de 5 ($D_U = 6$ ans, $D_Q = 4$ ans, $D_C = 12$ heures, $S_R = 400000$).

Il apparaît que le nombre d'événements accumulés pour les différents réservoirs se situe dans le même ordre de grandeur (Tableau 11.2). La comparaison directe du nombre d'événements accumulés, au cours de cette période, aux courbes maîtresses révèle que les réservoirs contrôlés sont tous en mesure de poursuivre leur utilisation pour les cinq prochaines années (Figure 11.2).

Numéro du réservoir testé	1	2	3	4	5	6	7	8
Nombre cumulé d'événement en 12 heures à 200 bar	6	0	4	8	5	3	3	6

Tableau 11.2 - Nombre d'événements enregistrés pour chaque réservoir contrôlé du bus pour une durée de 12 heures à 200 bar

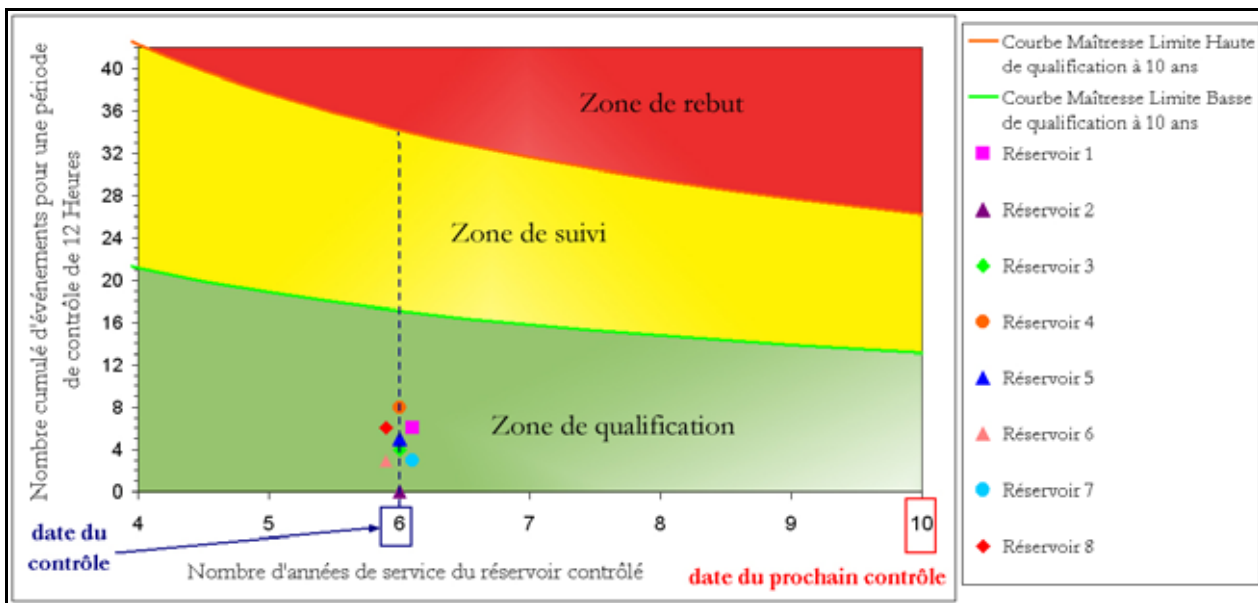


Figure 11.2 - Positionnement des points de contrôle face aux réseaux de courbes maîtresses à 10 ans pour une durée de contrôle de 12 heures

3. Le protocole de qualification peut-il être étendu à d'autres structures ?

Au regard des mises en situation réalisées, nous pouvons conclure que le protocole de contrôle et de qualification est désormais opérationnel sur les réservoirs G.N.V., bobinés carbone/époxy. Bien qu'il n'apparaisse à première vue aucun obstacle à d'autres applications, il est nécessaire maintenant d'évoquer les limites de cette méthode.

Ainsi, il est important de rappeler que l'application de cette méthode n'a été rendue possible que par la compréhension et la maîtrise des micromécanismes à l'origine de l'accumulation de ruptures de fibres. Compréhension et maîtrise qui n'auraient pu être atteintes sans le développement du calcul multiéchelle. Cependant, la principale limite ne situe pas au niveau de la maîtrise des micromécanismes, même s'il est vrai que la description est loin d'être exhaustive, mais tient à l'utilisation de l'émission acoustique pour accéder à cet endommagement. En effet, la condition première pour appliquer cette méthode nécessite tout d'abord de s'assurer que le mode de rupture principal de la structure est la rupture de fibres. La seconde condition, et non la moindre est que la technique de l'émission acoustique donne accès uniquement aux émissions provenant de rupture de fibres et non à d'autres types d'endommagements secondaires. Les signaux doivent être identifiés et clairement notifiés comme correspondant à la rupture des fibres. Ce qui n'est pas toujours facile à mettre en œuvre dans le cas de structures composites.

Ces remarques attirent simplement l'attention sur le fait que nous sommes bien conscients de l'opportunité qu'il nous a été donnée de valider cette méthode sur ce type de réservoir. Les choses auraient pu être moins évidentes sur d'autres types de réservoirs où la qualité et/ou le mode de fabrication auraient pu nécessiter des opérations beaucoup plus complexes en terme de traitement des résultats d'émission acoustique.

Par ailleurs, il faut noter que ce protocole ne considère pas l'éventualité d'une agression externe du réservoir (chocs, entailles, produits chimiques) mais il est vraisemblable que cela modifie de façon non négligeable la cinétique d'accumulation de ruptures de fibres. Une étude complémentaire faisant le parallèle entre la création de défauts normés et le taux d'émission enregistré permettrait de généraliser ce mode de contrôle.

Conclusion

Evoluant dans un monde où se doivent de cohabiter exigences économiques et progrès techniques, les applications des matériaux composites se sont développées moyennant des coefficients de sécurité importants pour écarter tout risque de défaillance en service. Ainsi, prévoir la durée de vie résiduelle d'une structure et encore plus d'une structure en composite constitue en soi un défi motivant, qui nécessite, à l'image des matériaux métalliques, de maîtriser parfaitement les mécanismes microstructuraux avant d'envisager tout développement de procédures de contrôle et de qualification. De plus, s'agissant d'une étude d'application industrielle, deux impératifs importants se doivent d'être respectés : la simplicité de mise en œuvre et la fiabilité des conclusions.

De manière plus précise, la problématique consiste, à un instant donné choisi, à répondre à la question : à ce stade de sa vie, la structure répond-elle toujours aux exigences du cahier des charges initial ? Se pose alors le problème de la validation de la structure pour la poursuite de son utilisation et donc de la définition d'un protocole de contrôle et de qualification. Au cours de cette étude, nous n'avons pas eu la prétention de couvrir toutes les problématiques relatives à la question du vieillissement d'une structure composite induit par son utilisation. Notre objectif est de montrer, dès que sont identifiés les mécanismes d'endommagement, qu'il est possible de proposer une procédure de contrôle et de qualification fiable et simple.

Ainsi, il s'agissait tout d'abord de relier le comportement macroscopique du composite aux propriétés de ses constituants et de leur assemblage. Les essais mécaniques suivis par émission acoustique ont confirmé les résultats de la littérature quant à la réponse acoustique du matériau. L'émission acoustique est représentative de l'endommagement par accumulation de ruptures de fibres. Dans le cas d'un essai de traction, la courbe d'accumulation d'événements suit une évolution exponentielle. Ce comportement est attribué d'une part, à la dispersion de la résistance mécanique de la fibre qui conduit avec l'augmentation de la charge à une accumulation aléatoire des ruptures de fibres et d'autre part, aux mécanismes de reports de charge des fibres rompues sur les fibres voisines intactes. Ce second mécanisme mène progressivement, avec l'augmentation de la charge imposée au composite, au passage d'une accumulation aléatoire de rupture de fibres à un endommagement localisé sous forme de clusters de fibres rompues qui croissent indépendamment les uns des autres jusqu'à l'atteinte d'une taille critique responsable de la rupture du composite. Dans le cas d'un essai de fluage, la courbe d'accumulation d'événements suit une évolution logarithmique. Ce comportement est toujours lié à la statistique de rupture de la fibre et aux mécanismes de reports de charge mais l'augmentation de charge des fibres n'est plus induite par la charge macroscopique appliquée au composite mais par la relaxation locale de la matrice au voisinage des fibres rompues. Les propriétés viscoélastiques de la matrice sont donc à l'origine de cette évolution de l'endommagement en fonction du temps. Faute de pouvoir identifier le comportement viscoélastique de la matrice *in situ*, des essais sur éprouvettes massives d'époxy nous ont permis d'en obtenir une représentation.

Une fois toutes ces hypothèses posées, notre démarche pour les valider, a été d'analyser et d'explicitier les phénomènes microscopiques prépondérants qui sont à l'origine de la rupture macroscopique du composite. Notre choix s'est porté sur une analyse microstructurale par éléments finis qui permet de distinguer les fibres de la matrice : reports de charge dus à la rupture des fibres et aux décohésions, viscosité et plasticité de la matrice, pour différents états d'endommagement peuvent alors être considérés ensemble ou indépendamment les uns des autres. Cette étude a permis d'obtenir des résultats importants tels que :

- l'évaluation des reports de charges entre fibres voisines d'une fibre rompue, en fonction de l'état d'endommagement et de la longueur de décohésion ;
- l'évolution des reports de charges avec le temps, lorsque la matrice est considérée viscoélastique. En d'autres termes, le passage d'un état figé à un état évolutif avec le temps permettant d'expliquer les ruptures de fibres constatées au sein d'une structure sollicitée en fluage (hors de sa période mise en charge) ;
- la modélisation d'une décohésion, (physiquement certaine) notamment de faible longueur, au voisinage de la rupture d'une fibre qui doit être envisagée avec plus de précaution. Plus précisément, les conclusions souvent énoncées sur ce sujet doivent être reconsidérées ;
- la confirmation de l'hypothèse de localisation de l'endommagement, c'est-à-dire la mise en évidence d'un volume élémentaire où l'influence de la rupture d'une fibre peut être considérée indépendante des autres ruptures ;
- le passage progressif d'un effet local de la rupture à un effet global avec l'accroissement de l'état d'endommagement ;
- pour une matrice élasto-plastique, dans le cas de sollicitations cycliques, la mise en évidence d'une modification de l'état de référence du milieu hétérogène ayant pour conséquence de sous évaluer la charge réellement supportée par les fibres.

Cette analyse fine des mécanismes de transfert de charge renseigne la base de données nécessaire à l'étape de localisation d'un procédé multiéchelle réalisé par éléments finis, mis en place pour déterminer le comportement macroscopique du composite sous traction uniaxiale quasi-statique ou sous fluage. Ce procédé multiéchelle a permis de mettre en évidence la robustesse des hypothèses émises. Mais surtout, à partir de considérations sur les mécanismes de transfert de charge à l'échelle des constituants et de la connaissance de la statistique de rupture de la fibre, nous sommes désormais en mesure d'estimer précisément la contrainte de rupture d'une structure présentant les mêmes mécanismes d'endommagement. Par ailleurs, nous pouvons simuler son comportement acoustique, c'est-à-dire réaliser le comptage du nombre de ruptures de fibres qui se produisent sous sollicitation quasi-statique ou de fluage. Ainsi, un calcul complet a été réalisé sur une éprouvette, puis sur un réservoir. Dans ce dernier cas, malgré la mise en place du procédé multiéchelle, la taille de maille utilisable a conduit, pour un réservoir, à encore un trop grand nombre de degrés de liberté. Pour cette raison, seul le quart d'une section faiblement épaisse du réservoir a été calculée. Le nombre de ruptures de fibres n'a donc pas pu être comptabilisé avec une bonne fiabilité, mais en revanche la pression moyenne d'éclatement simulée est très proche de la valeur expérimentale.

A partir de cette justification des mécanismes responsables de l'accumulation de rupture de fibres et donc du vieillissement naturel de la structure en service, il a pu être mis en place un protocole de contrôle et de qualification des réservoirs utilisant la technique de l'émission acoustique et la définition d'un critère d'acceptabilité ou de rejet de la structure à contrôler. Une mise en situation réelle (contrôle d'un bus) en a montré la pertinence et la validité.

Pour conclure, il faut retenir de ce travail que nous avons essayé de coupler des aspects « matériaux microstructuraux » et des aspects structures de manière à répondre dans les délais impartis au besoin de développement d'une méthode simple et fiable de contrôle et de qualification d'une structure industrielle complexe. Sa mise en place n'est que la partie visible de ce qu'a apporté cette étude. Le caractère original et remarquable de ce travail réside dans le fait qu'il met en place un véritable procédé multiéchelle qui

prend en compte les phénomènes microscopiques les plus importants (rupture de fibres, surcharge locale des fibres voisines de la fibre rompue, fluage et plasticité de la matrice) à l'échelle des structures de taille industrielle. Il convient de signaler que l'ensemble de ces investigations microscopiques (aussi bien expérimentales que numériques) ont été conduites de manière indépendantes entre elles (notamment, rupture et effets induits par la rupture). Ce n'est que la confrontation avec l'échelle macroscopique qui a permis de valider et définir la pertinence des études (avec leurs hypothèses, leurs identifications, leurs résultats) et du procédé multiéchelle développé au cours de ce travail. Ces résultats rendent désormais possible l'idée d'un dimensionnement fin d'une structure composite complexe.

Annexes

Annexe 1 - La théorie du maillon le plus faible

Dans cette théorie, le matériau est assimilé à une chaîne de maillons (éléments de volume) dont la rupture du plus faible conditionne la ruine de l'ensemble. La théorie du maillon le plus faible est basée sur plusieurs hypothèses :

- le champ de contrainte présente des gradients suffisamment faibles pour que chaque élément de volume puisse être considéré dans un état de contrainte uniforme ;
- les résistances à la rupture des éléments de volume sont des variables aléatoires indépendantes, ce qui exclut toute interaction entre les défauts qu'ils contiennent ;
- chaque maillon a la même probabilité de rupture lorsqu'il est soumis à la contrainte σ , notée P_r (σ). Le matériau est supposé homogène et isotrope vis à vis des défauts qu'il contient.

En conséquence, la probabilité de survie de N maillons, en considérant les probabilités de survie des différents maillons comme des événements indépendants, est égale au produit des probabilités de survie de chaque maillon :

$$P_S(\sigma) = (1 - P_r(\sigma))^N = (1 - P_r) \quad \text{Equation Chapter 1 Section 1 (1.1)}$$

Remarque : P_r est une fonction de probabilité et doit en conséquence vérifier les conditions suivantes :

- P_r positive, continue et croissante ;
- la limite de P_r tend vers 0 quand la contrainte tend vers 0 ;
- la limite de P_r tend vers 1 quand la contrainte tend vers l'infini.

Le nombre N correspond aux N maillons de la chaîne représentant le volume V du matériau sollicité.

L'équation (1.1) peut alors s'écrire :

$$\ln(1 - P_r) = V \times \ln(1 - P_r) = -\Psi \quad (1.2)$$

$$\Rightarrow d\Psi = -\ln(1 - P_r) dV \quad (1.3)$$

$$d\Psi = \Phi(\sigma) dV \Rightarrow \Psi = \int_V \Phi(\sigma) dV \quad (1.4)$$

où la fonction Φ est le risque de rupture par unité de volume ; cette fonction doit vérifier les conditions suivantes :

- Φ positive, continue et croissante pour $0 < \sigma < +\infty$;
- $\Rightarrow \exp(-\Phi)$ bornée décroissante.

A partir des équations 1.3 et 1.4, on exprime la probabilité de rupture P_r du matériau :

$$P_r = 1 - \exp\left[-\int_V \Phi(\sigma) dV\right] \quad (1.5)$$

La fonction de $\Phi(\sigma)$ a été choisie arbitrairement par Weibull comme une fonction puissance.

$$\Phi(\sigma) = \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{\sigma_0} \right)^m \quad \text{pour } \sigma > \sigma_s$$

$$\Phi(\sigma) = 0 \quad \text{pour } \sigma < \sigma_s$$
(1.6)

m : paramètre de forme, appelé module de Weibull. Il est caractéristique de la dispersion des contraintes à rupture. Des valeurs croissantes de m font converger la fonction P_R vers une fonction créneau pour laquelle toutes les éprouvettes cassent à une valeur de contrainte donnée. Inversement, la décroissance de m conduit à des fonctions de plus en plus étalées, c'est à dire à des dispersions plus importantes de la population.

σ_0 : facteur d'échelle ; il n'a pas de réelle signification physique mais à la dimension d'une contrainte.

σ_s : contrainte seuil ; c'est la valeur de la contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle. En pratique, dans le cas des fibres de carbone, on la prend égale à 0.

Ainsi, à partir des équations 1.5 et 1.6 l'expression de la probabilité cumulée de rupture prend la forme suivante :

$$P_r = 1 - e^{-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m}$$
(1.7)

Mais cette relation se trouve souvent sous la forme suivante où le facteur d'échelle n'a plus la dimension d'une contrainte :

$$P_r = 1 - e^{-V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0'} \right)^m} \quad \text{avec } \sigma_0' = \sigma_0 V_0^{1/m}$$
(1.8)

La moyenne et l'écart type de cette distribution peuvent s'exprimer en fonction des paramètres m et σ_0 :

$$\bar{\sigma} = \sigma_0 \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \left(\frac{V}{V_0} \right)^{-1/m}$$
(1.9)

et

$$\Delta\sigma = \sigma_0 \left(\frac{V}{V_0} \right)^{-1/m} \sqrt{\Gamma \left(1 + \frac{2}{m} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{m} \right)}$$
(1.10)

L'effet de taille est donc traduit : pour un m et un σ_0 donné, la valeur moyenne de la contrainte à rupture diminue lorsque la longueur de jauge augmente (le volume testé augmentant, la probabilité de rencontrer un défaut augmente et la contrainte à rupture moyenne diminue).

Dans le cas où les matériaux étudiés sont des fibres, leur structure peut être représentée par un fil infiniment long de section négligeable : $L \gg S$. L'équation (1.8) devient :

$$P_r = 1 - e^{-L \left(\frac{\sigma}{\sigma_0'} \right)^m} \quad \text{avec } \sigma_0' = \sigma_0 L_0^{1/m}$$
(1.11)

où L_0 est une longueur de référence choisie arbitrairement et L est la longueur de jauge testée.

Pour la construction de la courbe expérimentale, on suppose que l'on a accès à la distribution des N contraintes de rupture σ_i de N échantillons tous identiques. A chaque valeur σ_i on associe une probabilité

de rupture P_{r_i} , s'exprimant alors en fonction du rang i et du nombre total d'échantillons N suivant la relation (1.12). On détermine pour une longueur de jauge donnée N couples (σ_i, P_{r_i}) .

$$P_{r_i} = \frac{i}{N+1} \quad (1.12)$$

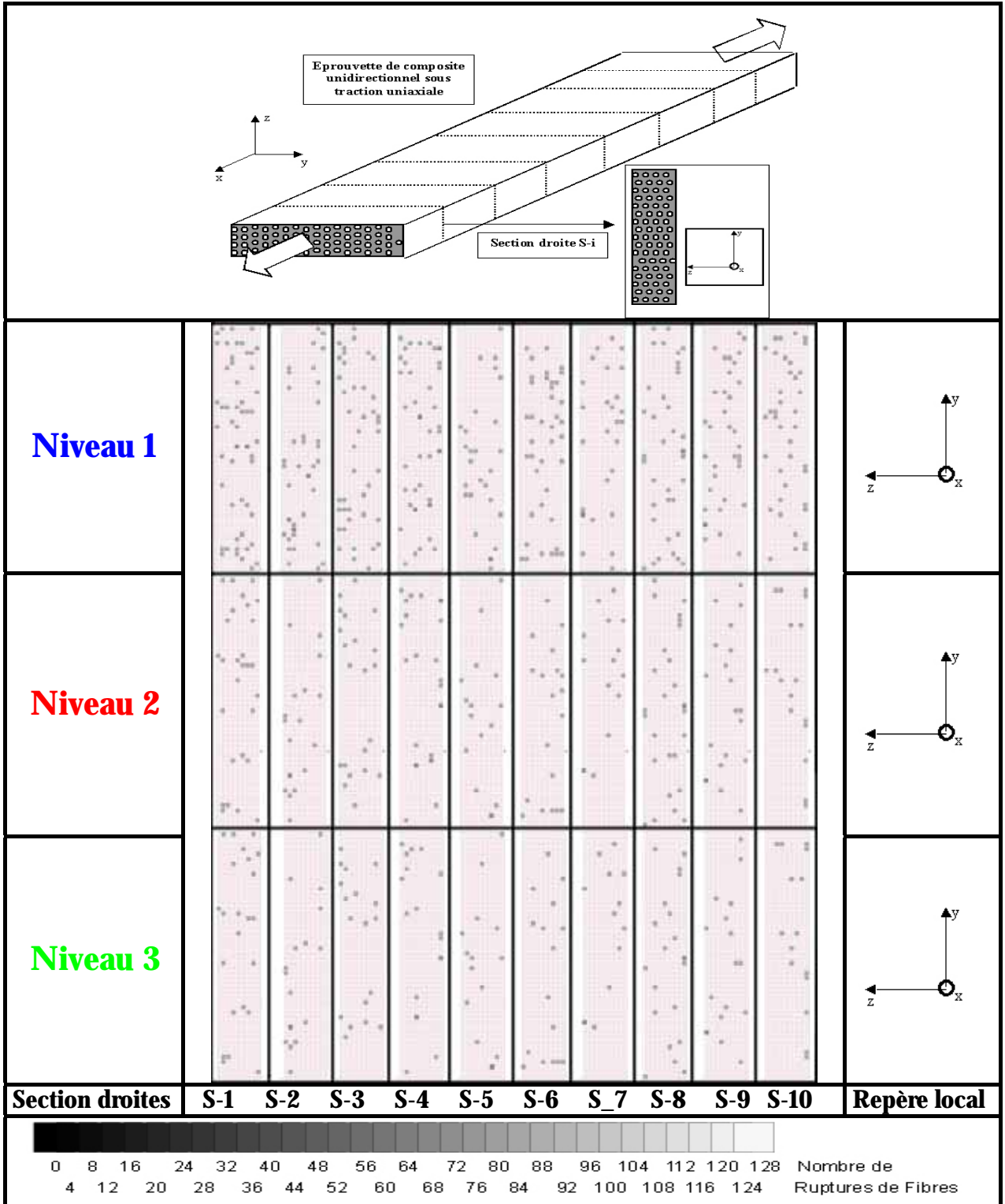
Les paramètres de Weibull sont évalués, classiquement, en faisant passer par les points expérimentaux, après linéarisation de l'équation (1.11), la droite d'équation :

$$\ln(\ln(1/(1-P_r))) = m \ln \sigma + [\ln L - m \ln \sigma_0'] \quad (1.13)$$

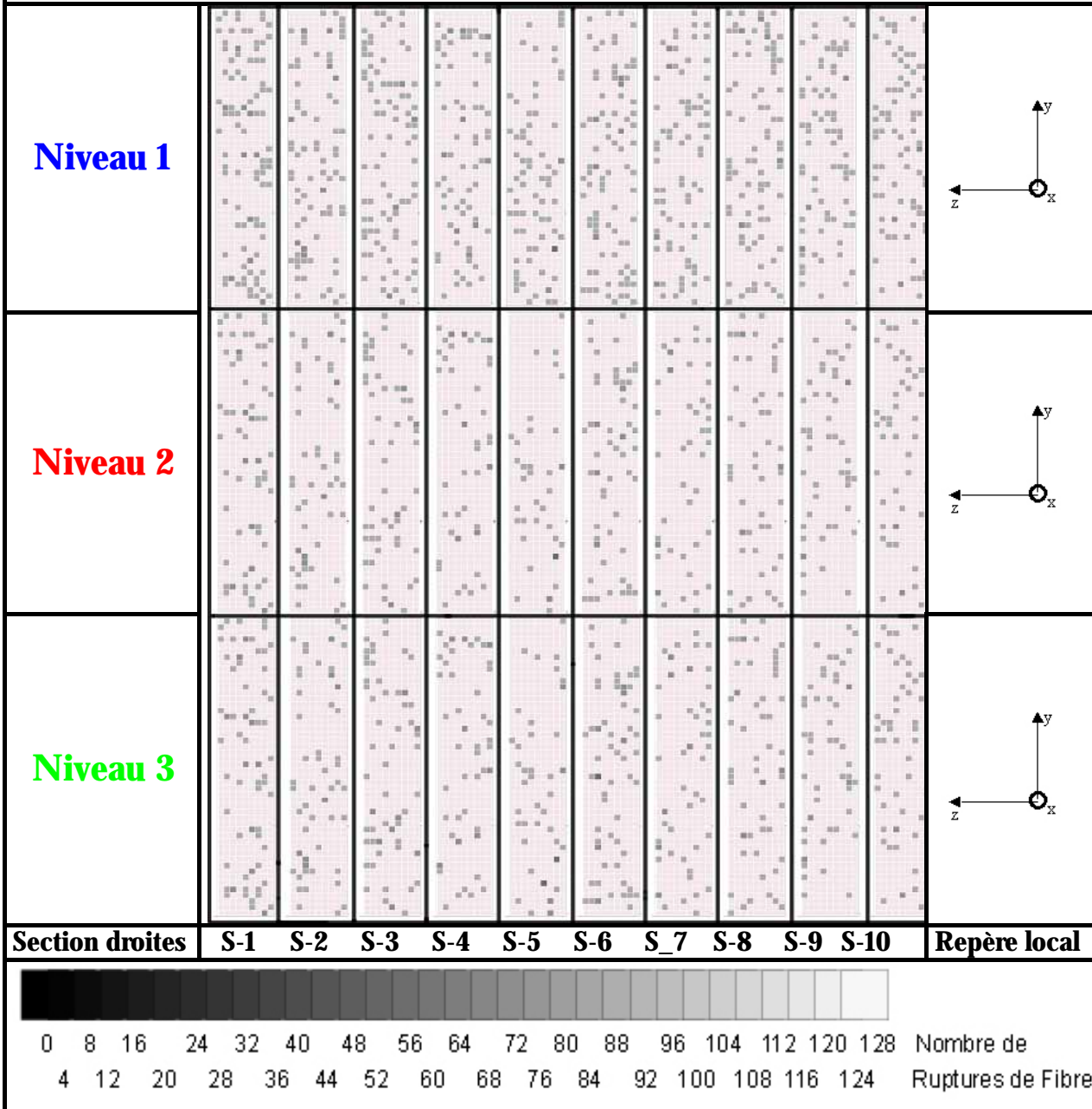
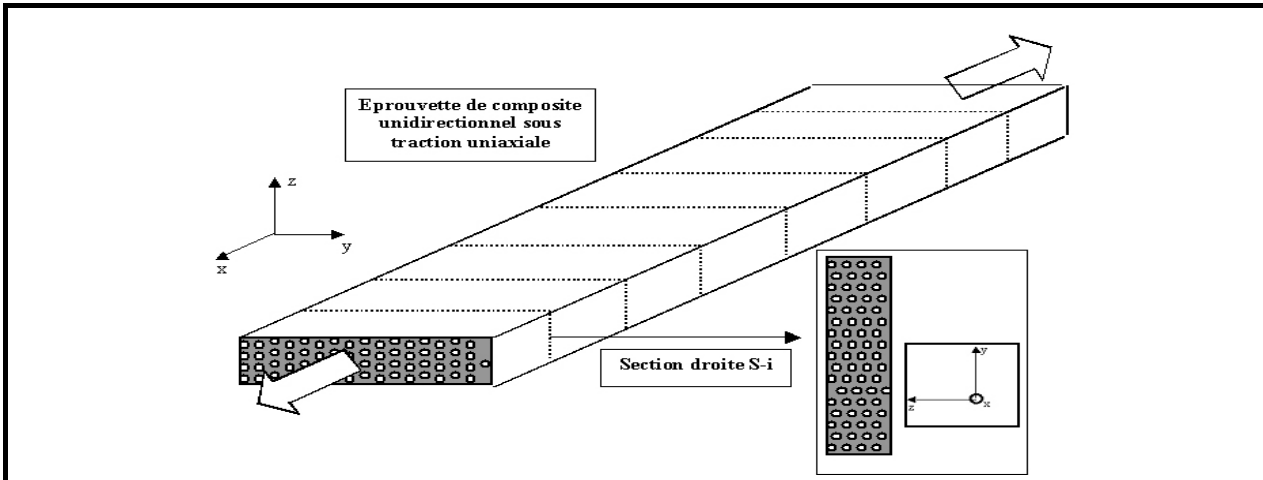
Cette étape est en générale réalisée par la méthode des moindres carrés ou bien encore par la méthode du maximum de vraisemblance.

ANNEXE 2 – Cartographies du nombre de ruptures fibres en fonction du niveau 2 d'endommagement d'une éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy

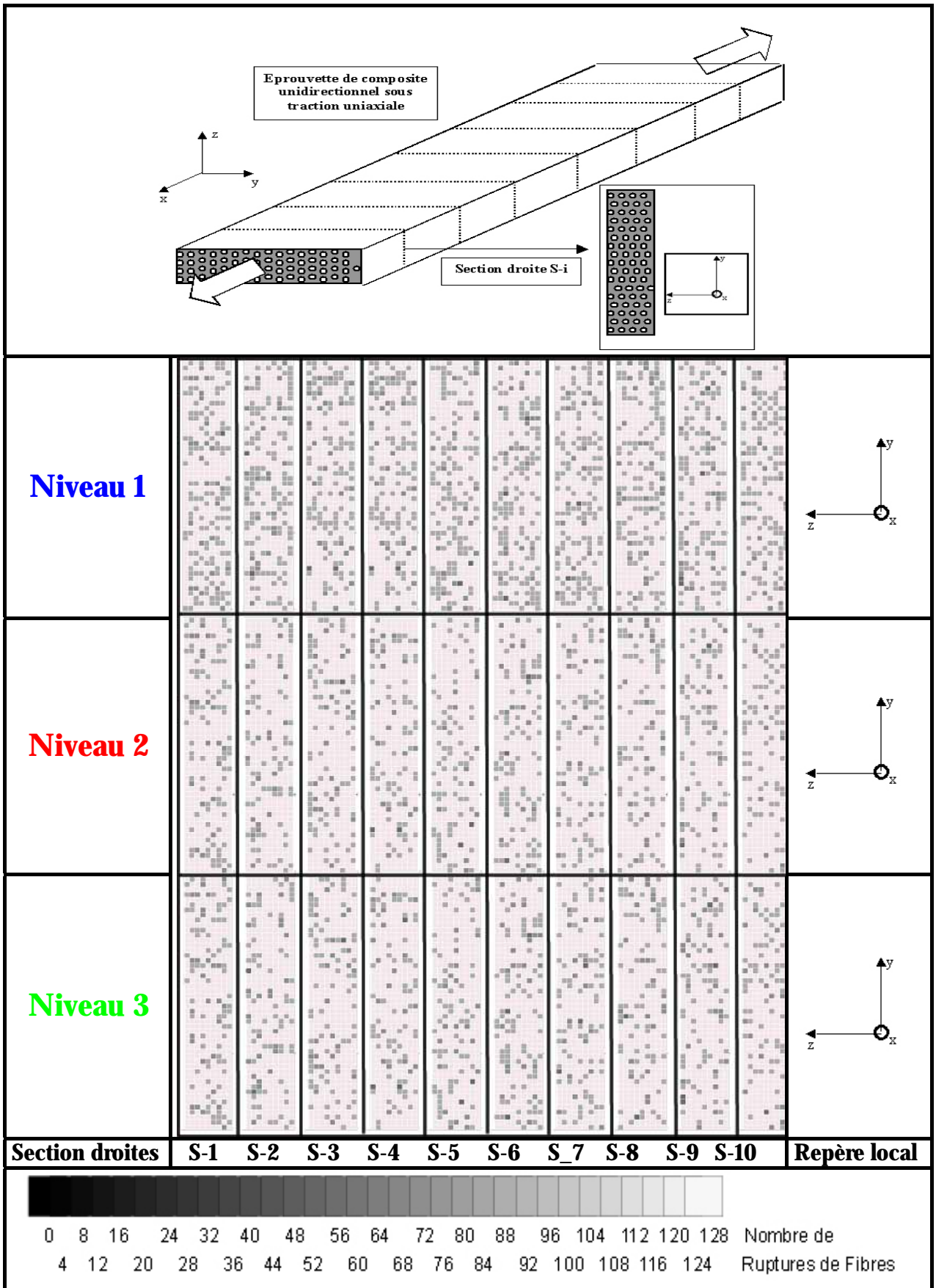
70 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette



80 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette

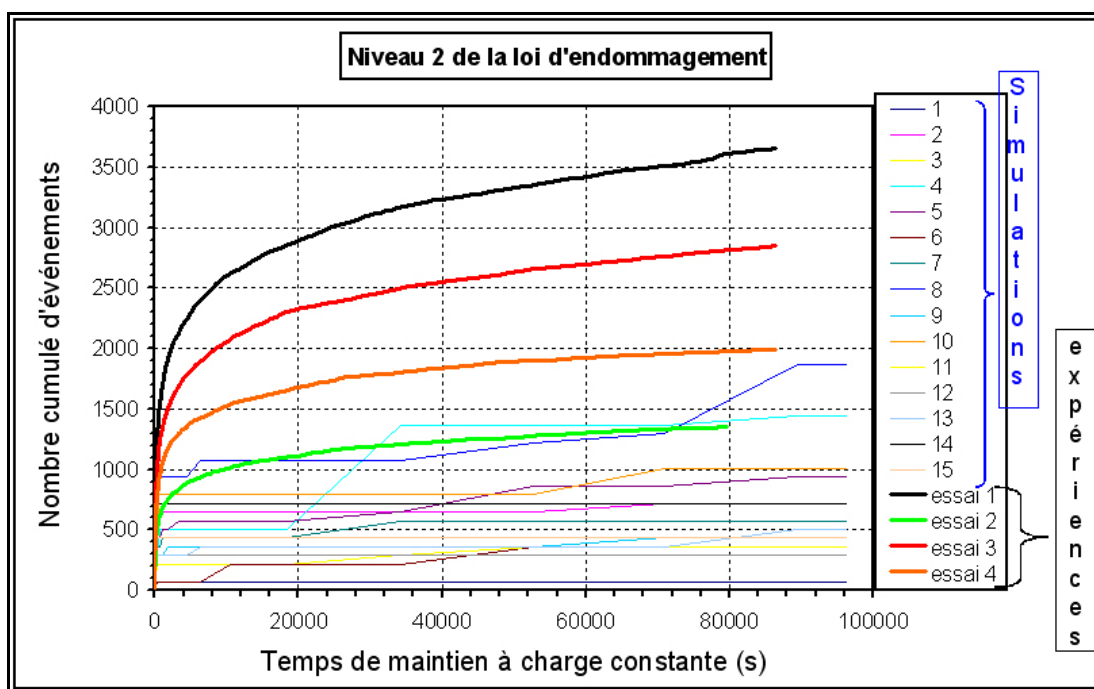


90 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette

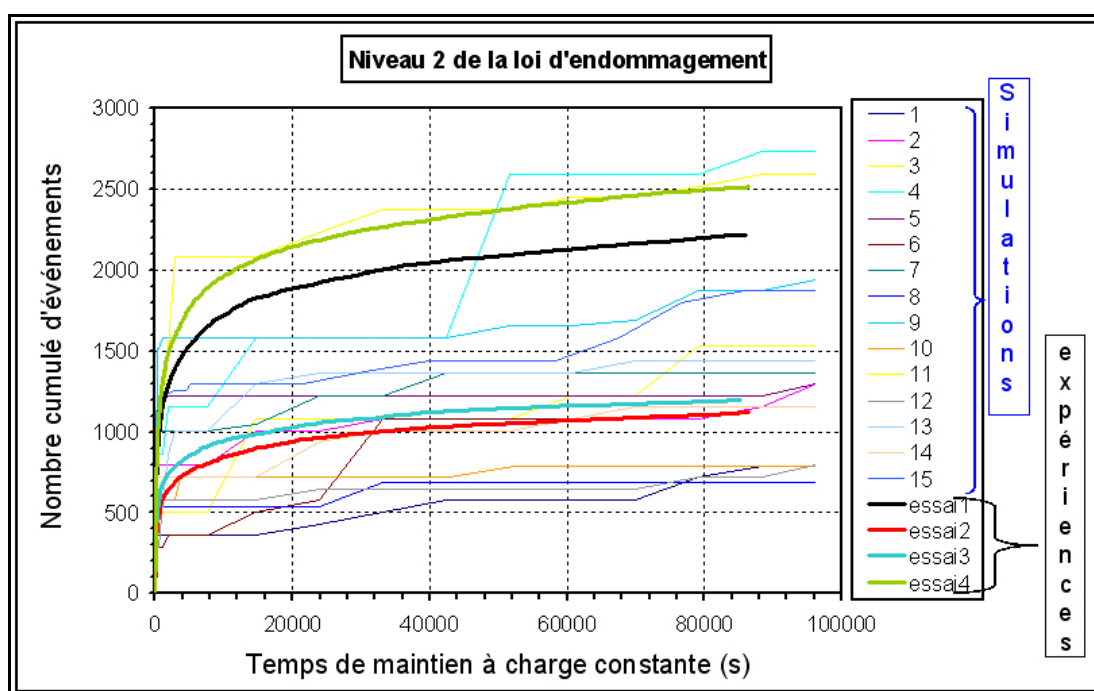


ANNEXE 3 – Simulations des courbes d'accumulation de ruptures de fibres en fluage pour un niveau 2 d'endommagement

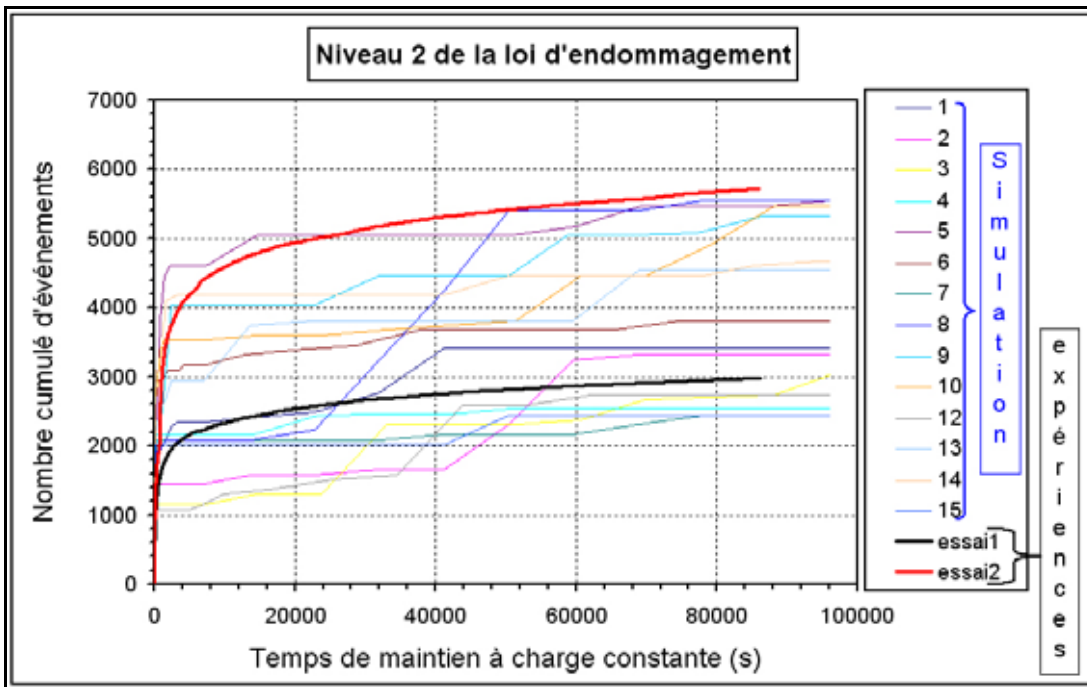
- Fluage à 75 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy



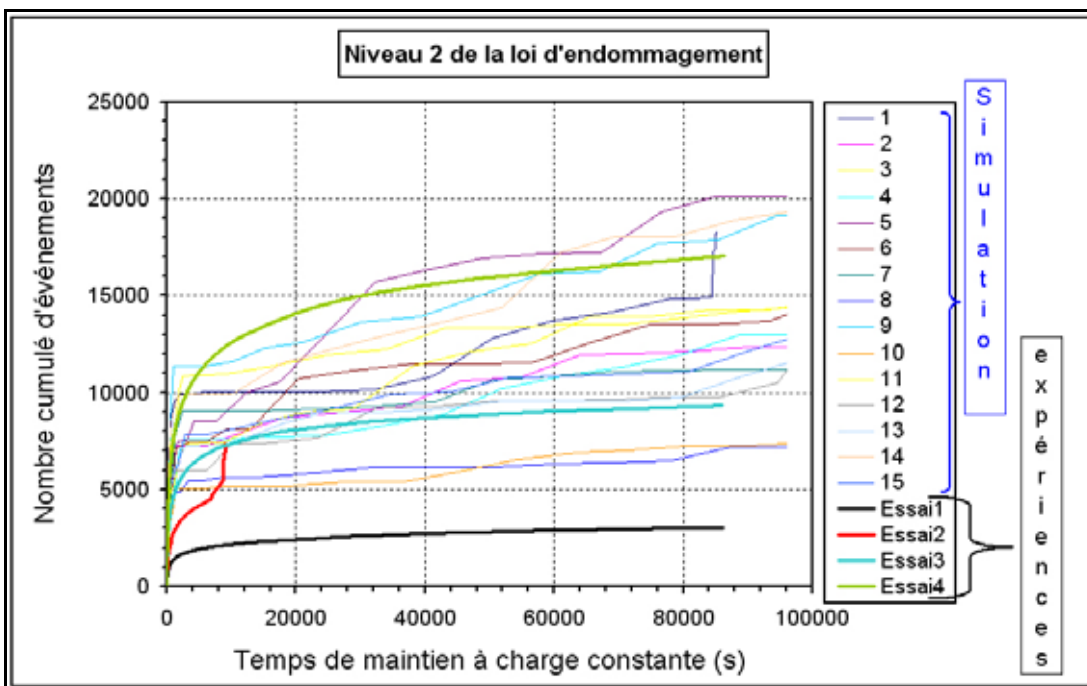
- Fluage à 80 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy



- Fluage à 85% de la contrainte de rupture de l'éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy



- Fluage à 90 % de la contrainte de rupture de l'éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy



TABLES

DES

MATIERES

TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE

INTRODUCTION

PARTIE 1 – PROBLEMATIQUE INDUSTRIELLE ET DEMARCHE

Chapitre 1 - La problématique industrielle 7

1. Présentation de l'étude	7
1.1. Qu'est ce que le G.N.V. ?	7
1.2. Pourquoi ?	7
1.3. Comment?	7
2. Contexte industriel de l'étude?	8

Chapitre 2 – Généralités, vocabulaire et notations sur les matériaux composites à fibres longues et leurs endommagements 11

1. Description des matériaux composites à fibres longues et de stratifiés	11
2. Généralités sur l'endommagement des composites	12

Chapitre 3 – Conception des réservoirs composites G.N.V., mode d'endommagement et proposition d'un protocole de contrôle et de qualification 15

1. Conception des réservoirs	15
2. Mode d'endommagement principal des réservoirs composites en conditions d'utilisation. Proposition d'un protocole de contrôle et de qualification	17

Chapitre 4 – L'Emission Acoustique 19

1. Pourquoi la technique de l'Emission Acoustique	19
1.1. Généralités sur l'Emission Acoustique	19
1.2. Etudes des matériaux composites par émission acoustique	20
1.2.1. Aspect qualitatif	20
1.2.2. Aspect quantitatif	21
2. Principes et éléments théoriques de la méthode de contrôle par émission acoustique	22
2.1. Résultats fondamentaux des travaux de Laroche [20]	23
2.1.1. Modèle du faisceau de fibres	24
2.1.2. Modèle de la rupture différée	25
2.2. Les travaux complémentaires	26

2.3.	Pourquoi l'émission acoustique n'est-elle pas reconnue comme le moyen incontournable pour quantifier l'endommagement des composites ?	27
2.4.	Comment répondre ?	27

Chapitre 5 – Conclusion et démarche adoptée **31**

PARTIE 2 – ETUDE EXPERIMENTALE

Chapitre 6 – Matériaux et procédures expérimentales **35**

1.	Matériau composite	35
1.1.	La fibre de carbone	35
1.2.	La matrice époxy	36
1.3.	Le composite carbone/époxy	37
1.3.1	Les éprouvettes de composite carbone/époxy	37
1.3.2.	Les réservoirs	39
2.	Détails des essais de caractérisation et des moyens expérimentaux	39
2.1.	Essais de traction sur fibre unitaire	40
2.2.	Essais de traction sur résine époxy et composite carbone/époxy	41
2.3.	Exploitation des essais de traction	43
2.4.	Essais de pressurisation interne	43
2.5.	L'acquisition des événements par émission acoustique	44
2.5.1.	Matériels et procédures expérimentales	44
2.5.2.	Etalonnage de la chaîne d'émission acoustique	45

Chapitre 7 – Résultats expérimentaux **49**

1.	Les caractéristiques de la fibre de carbone T600S	49
2.	Les caractéristiques de la matrice époxy	51
2.1.	Les propriétés élastiques de la résine époxy	52
2.2.	Les propriétés viscoélastiques de la résine époxy	53
3.	Les caractéristiques du composite carbone/époxy	55
3.1.	Exploitation des résultats	55
3.2.	Essais de traction	56
3.2.1.	Traction sur la séquence (0°) _s	56
3.2.2.	Traction sur la séquence (90°) _s	57
3.2.3.	Traction sur la séquence ($+45^\circ$, -45°) _s	58
3.2.4.	Conclusion sur les essais de traction sur le composite carbone/époxy	59
4.	Le réservoir composite G.N.V. de type 3	59
5.	Caractérisation des mécanismes d'endommagement par émission acoustique	59

5.1.	Composite carbone/époxy unidirectionnel	60
5.1.1.	Traction sur la séquence (0°)	60
5.1.2.	Essais de fluage	64
5.1.3.	Essais sous sollicitations uniaxiales cycliques	67
5.2.	Réservoir composite	68
5.2.1.	Essais de pressurisation interne jusqu'à rupture	68
5.2.2.	Essais de fluage à court terme	69
5.2.3.	Essais de sollicitations cycliques	70

PARTIE 3 - MODELISATION

Chapitre 8 – Analyse des micromécanismes de transfert de charge au sein d'un composite à fibres longues **77**

1.	Introduction	77
2.	Synthèse bibliographique et historique	78
3.	Principe de la modélisation du phénomène de rupture des fibres et de la décohésion	80
3.1.	Les objectifs de la modélisation	80
3.2.	Choix du V.E.R.	81
3.3.	Les conditions aux limites appliquées aux cellules	82
3.4.	Modélisation du taux de fibres	84
3.5.	Modélisation de la décohésion à l'interface fibre rompue/matrice	84
4.	Etude de convergence des calculs	84
5.	Modélisation du comportement de la matrice époxy	86
6.	Les grandeurs calculées	87
7.	Résultats et Discussions	89
7.1.	Configuration 1 : cellule $C-\infty$ et comportement élastique	89
7.1.1.	Cas de la rupture sans décohésion	89
7.1.2.	Cas de la rupture avec décohésion	91
7.1.3.	Conclusion sur la configuration 1	93
7.2.	Configuration 2 : cellule endommagées et comportement élastique	93
7.2.1.	Cas de la rupture sans décohésion	93
7.2.2.	Cas de la rupture avec décohésion	96
7.2.3.	Conclusion sur la configuration 2	98
7.3.	Configuration 3 : cellule endommagées et comportement viscoélastique	101
7.3.1.	Cas de la rupture sans décohésion	101
7.3.2.	Cas de la rupture avec décohésion	102
7.3.3.	Conclusion sur la configuration 3	103

7.4.	Configuration 4 : cellule endommagées et comportement élastoplastique	105
7.4.1.	Cas de la rupture sans décohésion	105
7.4.2.	Cas de la rupture avec décohésion	107
7.4.3.	Conclusion sur la configuration 4	112
8.	Conclusions et Perspectives	112

Chapitre 9 – Modélisation de la rupture macroscopique d'un composite unidirectionnel à 0° par un procédé multiéchelle 117

1.	Bibliographie	117
1.1.	Synthèse bibliographique	117
1.2.	Le modèle multiéchelle bidimensionnel de Baxevanakis [18]	120
2.	Modèle multiéchelle tridimensionnel proposé	122
2.1.	Principe général d'un procédé multiéchelle [25]	122
2.2.	Principe général et particulier d'un calcul de structure basé sur un procédé multiéchelle	123
2.3.	Détails de notre procédé multiéchelle	124
2.3.1.	L'étape de représentation : choix du V.E.R. tridimensionnel	124
2.3.2.	L'étape de localisation : lissage des résultats obtenus sur les cellules et évolution du nombre de ruptures de fibres	125
3.	Calcul multiéchelle d'une éprouvette tridimensionnelle de composite unidirectionnel sous traction uniaxiale	130
3.1.	Les conditions aux limites	132
3.2.	Etude de convergence	132
3.3.	Effet de la fonction de densité de défauts	135
3.4.	Résultats et comparaison avec la courbe d'émission acoustique dans le cas d'une traction uniaxiale	136
4.	Résultats et comparaison avec la courbe d'émission acoustique dans le cas du fluage sous traction uniaxiale	141
5.	Résultats dans le cas du réservoir composite	143
5.1.	Mise en données	143
5.2.	Résultats de simulations	144

PARTIE 4 – INDUSTRIALISATION

Chapitre 10 – Proposition d’une méthode de contrôle et de qualification des réservoirs composites bobinés en carbone/époxy **151**

1. Comment estimer la durée de vie résiduelle d’un réservoir composite ? _____ 151
2. Obtention de la cinétique d’endommagement limite des réservoirs : construction du réseau de courbes maîtresses _____ 152
 - 2.1. Proposition d’un seuil de rejet _____ 152
 - 2.2. Construction du réseau de courbes maîtresses _____ 152

Chapitre 11 – Mise en pratique du protocole de qualification de réservoirs carbone/époxy bobinés en service sur bus **157**

1. Vérification de la faisabilité du protocole dans les conditions de laboratoire _____ 157
2. Faisabilité du protocole dans les conditions industrielles d’exploitation _____ 158
 - 2.1. Rappels du cahier des charges _____ 158
 - 2.2. Application du protocole de contrôle et de qualification à un bus _____ 159
3. Le protocole de qualification peut-il être étendu à d’autres structures ? _____ 160

CONCLUSION

ANNEXES

ANNEXE 1 – La théorie du maillon le plus faible **169**

ANNEXE 2 – Cartographies du nombre de ruptures de fibres en fonction du niveau 2 d’endommagement d’une éprouvette unidirectionnelle de carbone/époxy **173**

ANNEXE 3 – Simulations des courbes d’accumulation de ruptures de fibres en fluage pour un niveau 2 d’endommagement **177**

TABLES DES MATIERES **179**

MODELISATION DES PHENOMENES MICROSTRUCTURAUX AU SEIN D'UN COMPOSITE UNIDIRECTIONNEL CARBONE/EPOXY ET PREDICTION DE DUREE DE VIE : CONTROLE ET QUALIFICATION DE RESERVOIRS BOBINES

Le choix des composites unidirectionnels carbone/époxy a été adopté pour entrer dans la conception des réservoirs de stockage de gaz sous haute pression, carburant plus propre que ceux provenant des produits de raffinerie en terme d'émissions de gaz polluants. Toutefois, l'utilisation des matériaux composites étant récente et malgré l'effort de recherche entrepris, leur tenue à long terme soulève de nombreuses questions tant fondamentales que technologiques. La technique de l'émission acoustique s'est avérée très tôt comme un moyen prometteur de détection des endommagements au sein des matériaux composites. Cette étude se propose d'apporter les moyens théoriques nécessaires pour développer et appliquer une méthode de contrôle et de qualification de réservoirs composites bobinés carbone/époxy par la méthode de l'émission acoustique.

A la lumière des techniques d'homogénéisation et des calculs multiéchelles sur composites rendus possibles par l'accroissement de la puissance des calculateurs, et à l'aide de tout ce savoir passé, nous proposons de montrer toute la pertinence d'une technique expérimentale basée sur l'émission acoustique pour réaliser l'expertise en cours d'utilisation d'une structure en composite unidirectionnel.

Plus précisément, après avoir établi l'émission acoustique comme moyen expérimental d'expertise et de qualification de réservoirs à gaz haute pression en composite utilisés sur les bus, nous allons valider cette méthode. Pour ce faire, nous allons modéliser les mécanismes à l'origine de l'accumulation de ruptures de fibres à l'échelle des constituants (échelle qui distingue la fibre de la matrice) pour reconstruire la courbe d'émission acoustique des événements (ruptures de fibres) à l'aide d'un calcul multiéchelle effectué sur la structure industrielle. Ensuite, nous proposerons une méthode de contrôle et de qualification. L'objectif industriel visé au final est l'industrialisation de ce protocole permettant de quantifier l'endommagement accumulé au cours de l'utilisation et dès lors de prédire la période acceptable de service du réservoir avant l'arrêt de son utilisation.

MODELLING OF MICROSTRUCTURAL PHENOMENA IN UNIDIRECTIONAL CARBON/EPOXY AND THE PREDICTION OF LIFETIME: TESTING AND CONTROL OF FILAMENT WOUND PRESSURE VESSELS

A parallel has been made between the design and failure of high pressure vessels containing natural gas used as a fuel for public vehicles and that of unidirectional carbon fibre reinforced epoxy resin. Natural gas is increasingly being used as a fuel as it results in far less environmentally polluting emissions than other, oil based, and fuels. Carbon fibre reinforced epoxy resin has many characteristics which make it attractive for such an application however long term damage accumulation in it when under load is not understood in any quantitative manner. For this reason it has been seen to be important to identify the processes involved in the degradation of the composite when subjected to long term loading, both for scientific and technological reasons. Acoustic emission has been seen to be a promising means of detecting damage in composite materials and the study has been able to relate the microstructural processes of damage to the activity recorded from both laboratory specimens and composite pressure vessels through the development of detailed analytical model of the damage processes involved.

The increased calculating capacity which is now available has allowed the analytical model of failure accumulation to be related to the acoustic emission recorded during testing of carbon fibre unidirectional composites and pressure vessels in a way that has not been possible in the past.

The protocol proposed for testing carbon fibre composite pressure vessels has been validated by both experimental and theoretical studies. A multiscale model beginning at the scale of individual fibres and the surrounding matrix has been developed so as to take into account the accumulated effects of individual fibre breaks on the behaviour of the whole composite and so explain the acoustic emissions detected during the tests. This has allowed the validation of an industrial protocol for quantifying damage, accumulated in service, in pressure vessels and to predict minimum residual lifetimes for future in-service use.