Conception et caractérisation mécanique des pièces en matériaux composites moulées par compression

Georges Bertrand Kamgaing Somoh

▶ **To cite this version:**

Georges Bertrand Kamgaing Somoh. Conception et caractérisation mécanique des pièces en matériaux composites moulées par compression. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0081 . tel-01823852

HAL Id: tel-01823852
https://pastel.hal.science/tel-01823852

Submitted on 26 Jun 2018

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.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

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

Doctorat ParisTech

Thèse

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue publiquement par

Georges Bertrand KAMGAING SOMOH

le 24 septembre 2013

Conception et caractérisation mécanique des pièces en matériaux composites moulées par compression

Design and mechanical characterization of composite parts made by hot pressing moulding

Directeur de thèse : **Jacques RENARD**

Jury

M. Philippe BOISSE, Professeur, LaMCoS UMR 5259, INSA Lyon		Rapporteur
M. Damien HALM, Professeur, ENSMA UPR 3346, Université de Poitiers		Rapporteur
M. Gérard SAUSSEREAU, Ingénieur, Coordinateur du Projet CRISTAL, MBDA Robinson		Examinateur
M. Gilles CORNELOUP, Professeur, LMA-LCND UPR 7051, Aix-Marseille Université		Examinateur
M. Jacques RENARD, Directeur de Recherche HDR, CDM UMR 7633, Mines-ParisTech		Examinateur

THÈSE

CONFIDENTIEL - 04/2018

MINES ParisTech
Centre des Matériaux – UMR CNRS 7633
B.P.87 - 91003 EVRY Cedex

CONFIDENTIEL CRISTAL - 04/2018

Remerciements

Un proverbe africain dit ‘il faut plusieurs mains pour confectionner un paquet’. Certes une thèse est avant tout un travail personnel mais jamais les résultats présentés dans ce mémoire n’auraient pu être obtenus sans les apports de nombreuses ‘mains’. Certaines m’ont éclairé les idées et m’ont guidé dans les principes et l’art de la confection de ce paquet, aussi bien au niveau du contenu que de la technique. D’autres m’ont fourni des ficelles solides et indispensables. Pour d’autres encore, leurs ‘mains’ posées sur mes épaules m’ont encouragé et soutenu dans les moments de doute et m’ont permis d’aller jusqu’au bout. J’exprime toute ma gratitude à toutes ces ‘mains’ qui ont contribué de près ou de loin à ce résultat. Dans les paragraphes qui suivent, j’aimerai dire quelques mots à certaines personnes en particulier. Mais avant toute chose, je veux exprimer ma profonde gratitude à toutes celles et à tous ceux dont j’aurai volontairement ou involontairement omis de citer les noms, ceci afin de ne pas me lancer dans une litanie sans fin.

L’apprentissage terminé, ce travail doit être jugé et critiqué au cours d’une soutenance publique. Je remercie Monsieur Philippe BOISSE et Monsieur Damien HALM d’avoir accepté d’être les rapporteurs de ce mémoire. Passer au crible un document assez volumineux (et je m’en excuse) avec une telle quantité d’informations à ingérer n’est pas une tâche aisée et je suis très honoré qu’ils aient accepté de le faire. Je les remercie également pour leurs critiques constructives et leurs conseils qui m’ont ouvert des perspectives intéressantes pour une éventuelle poursuite de ce travail. Je remercie également les autres membres du jury, Notamment Monsieur Gérard SAUSSEREAU et Monsieur Gilles CORNELOUP qui ont pris soin d’examiner ce travail.

J’exprime à présent ma profonde gratitude à Monsieur Jacques RENARD, mon directeur de thèse, pour la confiance qu’il m’a toujours accordé et pour l’autonomie qu’il m’a laissé pour mener à bien ce travail. Au delà du professionnel, je ne manquerai pas de lui dire aussi merci pour son tact et la qualité de nos rapports humains au cours de toutes ces années surtout qu’au début de ce projet, j’étais encore en phase d’imprégnation de la culture française. Cela aura été très déterminant pour moi puisque j’aurai progressivement gagné en confiance au fur et à mesure du déroulement de cette thèse.

Cette thèse s’inscrivant aussi dans le cadre d’un projet industriel, je vais remercier tous les partenaires du pôle de compétitivité ASTECH (MBDA, DAHER, CARBONE FORGE, EUROCOPTER, SNECMA, EADS, SCHAPPE) pour la fourniture des nombreuses matières, des éprouvettes, des pièces et des montages d’essai qui constituent la base de mon travail. Je dirai merci à Monsieur SAUSSEREAU pour nos nombreuses discussions très enrichissantes, à Stéphanie PORTET de DAHER pour avoir veillé à me fournir le maximum d’échantillons dans les délais, à Nicolas NEUVILLE de CARBONE FORGE pour le nombre impressionnant d’échantillons qu’il m’aura fourni. Je n’oublierai pas les partenaires académiques du projet dont les résultats m’auront également permis de mieux analyser et de mettre en valeur mes propres résultats. Je veux parler du LAMCOS et de l’IMP de L’INSA de Lyon, ainsi que du LCND de l’université Aix-Marseille.

Comme je l’ai dit en début de page, il faut plusieurs mains pour confectionner un paquet. Parmi ces mains précieuses, il y’a les Techniciens du Centre des Matériaux à qui je dis un grand merci pour leur compétence et leur disponibilité. Un merci particulier à Yves FAVRY et à Jean-Christophe TEISSEDRE dont l’exceptionnelle compétence ainsi qu’une disponibilité de tous les instants auront

été des atouts majeurs pour réussir ce projet. J'aimerai leur signifier tout l'honneur qu'est le mien d'avoir travaillé avec des personnes de leur niveau, aussi bien du point de vue professionnel qu'humain.

J'aimerai ensuite remercier tous les membres de l'équipe CAM au sein de laquelle j'ai évolué durant toutes ces années. La solidarité qui y règne est un moteur au progrès constant des apprenants que nous sommes. Ma profonde gratitude à Messieurs THIONNET, JOHANNES et PONGSAK pour leurs conseils et leur aide si précieuse qui m'ont permis au quotidien d'avancer dans mes travaux. Merci aux doctorants de l'équipe (Mamadou, Adrien, Barhame…) pour l'esprit d'entraide qui a toujours prévalu entre nous et qui nous a profité aux uns et aux autres.

Avant de passer à la famille, j'aimerai remercier les amis. Mamane, Mamadou, Jonathan pour ces discussions philosophiques interminables et très enrichissantes. Vous, mes chers collègues de bureau et je me permettrai de dire amis du bureau (Laure-Line, Caroline, Grégory, Damien, Quentin), avec qui j'ai partagé tant de choses. Je vous dis merci pour cet environnement que je regrette déjà de quitter. Discuter avec vous au quotidien m'aura énormément apporté, tant sur le plan scientifique avec des thématiques nouvelles, que sur le plan humain car cela m'a permis d'intégrer plus facilement la culture française. Il y'a aussi des amis qui même à distance, auront été ces mains sur mes épaules qui m'ont permis de tenir debout à des moments parfois très difficiles. Je pense à Rostand N., Alain F., Hilaire D., Michel T., Antoine B., Bernardin T. … et la liste est longue. Merci infiniment d'être toujours là dans ces moments critiques.

Concernant la famille enfin, je commencerai par remercier mes parents, Monsieur et Madame KAMGAING Fernand et Simone. Les mots seuls ne seront pas assez forts pour vous exprimer ma gratitude et mon affection. Je pense également à mes frères et sœurs notamment Liliane mon autre maman, Alexis, Pascal, Rachel, Virginie, Jérôme, Carole, Valérie, Léonie. Que vous dire que vous ne sachiez déjà, sinon tout simplement merci. Je terminerai par deux personnes qui ont partagé tous ces moments de joies et de stress intenses qui ponctuent la vie d'un doctorant, surtout en phase de rédaction. Mon épouse et amie de toujours Gertrude, ainsi que mon fils Enzo David née en pleine rédaction de thèse et qui m'a réveillé toutes les nuits pour me rappeler que je devais rédiger. Merci pour votre amour et votre soutien sans faille. Vous aurez été ma source constante de courage et d'inspiration pour aller jusqu'au bout de cette thèse. Merci infiniment.

Chapitre I :
Introduction Générale.

RESUME. Ce chapitre porte sur la présentation du sujet, notamment son contexte, sa problématique et ses objectifs, ainsi que sur la présentation globale des matériaux qui feront l'objet de notre étude.

I.1 Presentation du sujet. 2
I.1.1 Contexte et problématique. 2
I.1.2 Les objectifs. 3
I.1.3 Les partenaires. 4
I.2 Le procédé de moulage par compression. 4
I.3 Présentation des matériaux de l'étude. 5
I.3.1 Les fibres. 6
I.3.2 Les matrices. 6
I.3.3 Les préimprégnés ou prepregs. 8

I.1 Presentation du sujet

I.1.1 Contexte et problématique

L'importance des matériaux composites à matrice organique (CMO) pour l'aéronautique n'est plus à démontrer aujourd'hui. Il suffit d'observer l'évolution de la proportion en masse de ces derniers dans les avions civils et militaires, qui est passée de 4 à 5% dans les années 60 à 80 pour atteindre les 50% aujourd'hui dans le Boeing 787 (dont le fuselage entier est en carbone-époxy) et l'Airbus A350. Ce succès est dû aux excellentes propriétés spécifiques qu'offrent ces matériaux, générant ainsi un gain important en termes de masse des structures et donc des engins. En effet d'un point de vue économique, plus les structures sont légères, moins on consomme d'énergie et on gagne ainsi en charge utile dans les engins. D'un point de vue écologique, moins on consomme d'énergies fossiles (pétrole), moins on émet de gaz à effet de serre (CO, CO2, vapeur d'H2O). Ces réductions correspondent à un début de solution face aux problémes actuels autour du couple Energie – Environnement. Les composites hautes performances à matrice organique (CHPMO) sont donc des matériaux « écolonomiques » qui se prêtent bien aux règles d'éco-conception qui sont de plus en plus imposées aux industriels aujourd'hui.

Si le pourcentage en masse des composites dans les structures aéronautiques est tout à fait honorable, la saturation n'est pas encore atteinte. Ce pourcentage est encore appelé à croître. Comme tout nouveau (récent) produit, les composites ont été utilisés dans un premier temps pour des pièces secondaires, ne reprenant quasiment pas d'efforts et dont l'éventuelle défaillance n'était pas critique pour l'intégrité de la structure. A mesure que le degré de confiance envers ces matériaux grandissait grâce à des avancées techniques et scientifiques, ils ont commencé à investir des pièces de structures (plancher, ailerons, ailes …) de plus en plus critiques quant à la sécurité des appareils pour franchir un palier important avec la réalisation de fuselages entiers en composites. Ces derniers frappent désormais aux portes de structures primaires telles que les moteurs, avec pour principale limitation les températures élevées qui y règnent. Il est utopique de penser réaliser des organes des moteurs comme les tuyères (dont les températures en fonctionnement avoisinent les 1000°C) en CMO. Cependant, il est raisonnable d'envisager avec ces matériaux les structures environnantes du moteur comme les nacelles qui les enveloppent. Pour cela il faudra tout de même aller chercher dans les 250°C au moins de tenue en température.

Un autre facteur limitant important à la généralisation des CMO dans l'aéronautique et à d'autres secteurs (naval, automobile) est leur coût. Ces coûts sont liés aux matières de base elles -mêmes (fibres hautes performances et matrices techniques), aux procédés de mise en forme mais aussi au surdimensionnement des pièces composites par rapport aux métalliques du fait des forts coefficients de sécurité appliqués (trois ou quatre fois la contrainte à rupture). Pour les rendre plus compétitifs, un effort important est à réaliser dans la réduction de ces coûts qui apparaissent pour l'heure comme le principal facteur limitant vers un basculement total vers les composites dans les applications mobiles (transport).

I.1.2 Les objectifs

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet intitulé CRISTAL (**C**arbone fo**R**ge **I**mproved proces**S** for **T**echnological **A**dvanced **L**evel) qui vise à mettre sur pied une filière de production de pièces composites hautes performances de petites et moyennes dimensions pour le domaine aéronautique, et répondant aux exigences environnementales et industrielles de sécurité et réduction des coûts dans un environnement fortement concurrentiel. Des exemples de pièces mises en œuvre dans le projet sont donnés à la figure 1. Ce sont des pièces de liaison, des articulations, des structures creuses carrées et cylindriques, ou encore des omégas renforcés.

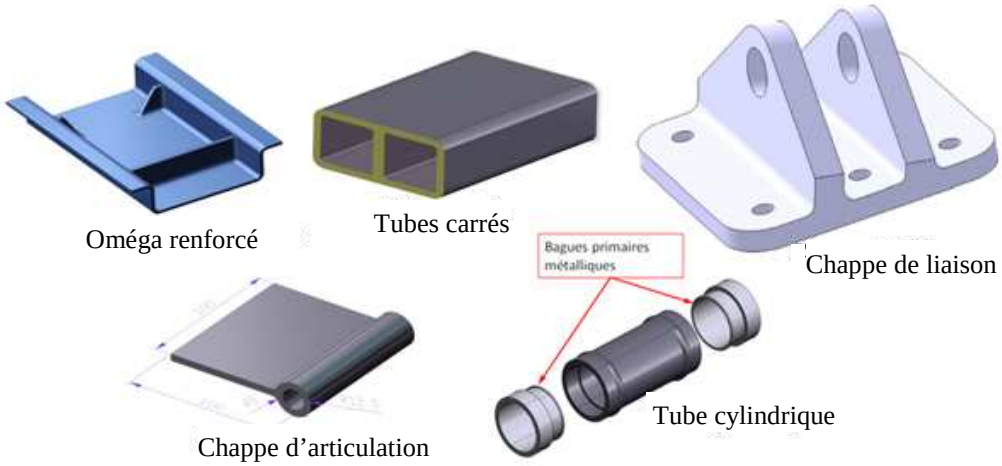


Figure I. 1. Quelques exemples de pièces mécaniques de petites et moyennes dimensions à usage aéronautique et destinées à la fabrication dans le cadre du projet Cristal.

Le projet CRISTAL était centré sur le procédé de moulage par compression à chaud développé par la société Carbone Forgé (partenaire au centre de ce projet). Ce procédé permet la réalisation en une seule opération de formes complexes, des formes de liaisons (trous) et des inserts. L'objectif de cette thèse était donc de tirer un maximum de profit de ce procédé : d'abord par une optimisation des paramètres de moulage associés à chacune des matières mises en œuvre. Il s'agissait de détecter les matières qui se prêtaient le mieux à ce procédé, susceptibles de réduire au maximum la durée des cycles tout en obtenant des propriétés mécaniques optimales. Ensuite, une étude expérimentale allant des observations microscopiques aux caractérisations mécaniques en passant par des analyses physico-chimiques a fait l'objet de la première partie de ce travail de recherche. Cette étude expérimentale a également permis d'enrichir une base de données devant permettre d'effectuer une étude comparative entre les différents matériaux moulés, puis entre les valeurs obtenues et celles disponibles dans la littérature sur des matériaux identiques. Cela a également permis d'optimiser l'utilisation des paramètres par rapport aux différentes applications possibles et de positionner le procédé par rapport aux technologies concurrentes.

Réduire les coûts signifiait également aller encore plus loin dans la compréhension des mécanismes non linéaires (viscoélasticité/plasticité, endommagement…), de les modéliser tout en affinant les modèles numériques et les critères de rupture pour des prédictions encore plus réalistes du

comportement mécanique. Tout ceci afin de réduire les coefficients de sécurité (réduire la part d'ignorance) afin d'aller vers des dimensionnements moins conservatifs des pièces. Cela a fait l'objet la deuxième partie de cette thèse.

I.1.3 Les partenaires

Si le projet CRISTAL réunit de nombreux partenaires du pôle de compétitivité ASTech, deux autres pôles sont concernés par ce projet, Plastipolis et Pegasse. Les partenaires industiels sont :

- MBDA, spécialisé dans la fabrication des missiles et leader du projet,
- Eurocopter, l'un des leaders mondiaux dans les hélicoptères civils et militaires,
- DAHER, équipementier pour l'aéronautique, le nucléaire et la défense,
- SNECMA, fabricant de moteurs d'avions civils et militaires,
- le groupe EADS, constructeur d'avions civiles et militaires (AIRBUS), d'hélicoptères civiles et militaires (Eurocopter), de lanceurs spatiaux et de satellites de télécommunication (Astrium), et enfin d'armement et d'équipements électroniques (Cassidian),
- ATMOSTAT, société spécialisée dans le développement et la fabrication d'équipements mécaniques hautement critiques et qui était en charge des moules et systèmes de chauffe du procédé,
- Schappe Techniques, fabricant de demi produits préimprégnés (prepregs) à base de fibres de carbone et de polymères,
- Carbone Forgé, jeune PME spécialisée dans le thermoformage à haute pression (hot pressing molding) des CMO, autour de laquelle s'articule le projet.

Aux cotés de ces partenaires industriels, des partenaires scientifiques académiques :

- Le LCND de l'université d'Aix-Marseille, en charge de l'analyse non destructive des pièces fabriquées (détection, identification, localisation et quantification des défauts par ultra-sons),
- Le CARMA, en charge de l'évaluation de l'impact environnemental des pièces composites fabriquées tout au long de leur cycle de vie (de la matière première à l'utilisation finale),
- Le LAMCOS et l'IMP de l'INSA de Lyon, en charge respectivement de la modélisation du procédé et de la caractérisation physico-chimique des semi-produits et matériaux finaux,
- Le Centre des matériaux Pierre et Marie Fourt de l'Ecole des Mines de Paris / ARMINES, en charge de l'appréhension des phénomènes physiques des composites étudiés, de leur caractérisation mécanique ainsi que la modélisation du comportement mécanique des matériaux et des pièces fabriquées.

I.2 Le procédé de moulage par compression

Le procédé ayant une place centrale dans le projet, il est important d'en faire une description claire. Schématisé à la figure I.2, ce procédé est du thermoformage sous presse et à chaud sur le même principe que ceux utilisés pour les métaux (emboutissage, estampage), sauf que les mécanismes de déformation des matériaux sont différents. C'est une technique de grande série puisque l'on part de semi-produits sans apport supplémentaire de matière. Le moulage s'opère selon quatre phases essentielles :

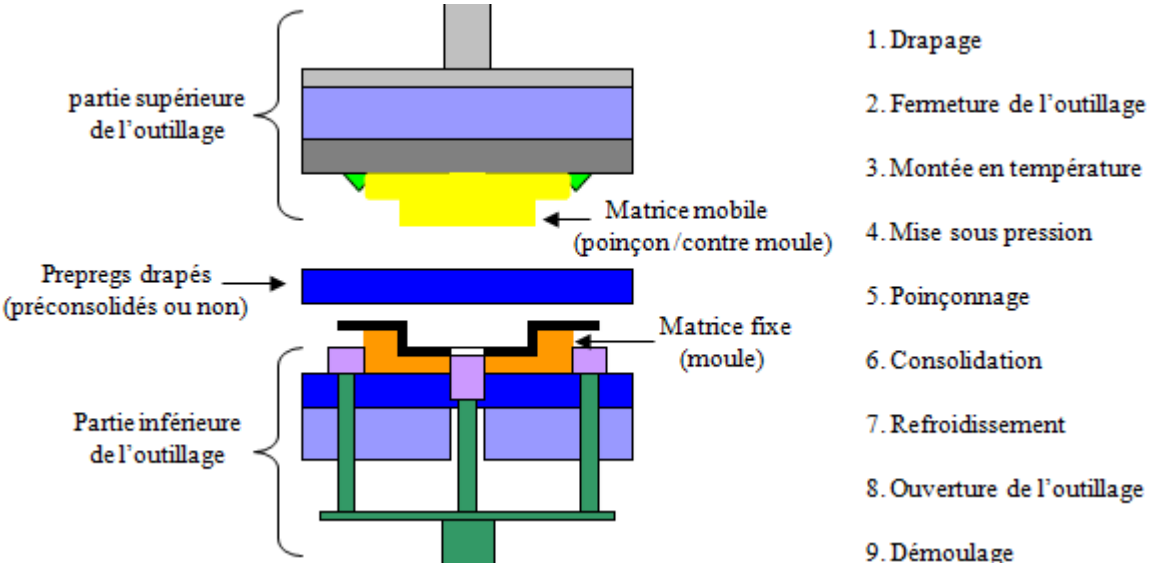


Figure I. 2. Principe du procédé Carbone Forgé de moulage par compression à chaud et par voie sèche

- Le chauffage du préimprégné jusqu'à la fusion de la matrice : le préimprégné est déposé dans un moule enduit d'un agent de démoulage, puis l'outillage est fermé et le prépreg chauffé jusqu'à la température de fusion du polymère.
- la montée en pression s'enclenche peu avant la température de fusion pour la répartition du polymère fondu et un mouillage maximal des fibres. Une fois la résine liquéfiée, le contre moule (partie mobile) vient comprimer le préimprégné jusqu'à atteindre une pression maximale selon une rampe appropriée.
- Le maintien sous pression et température maximales constantes pour polymérisation, réticulation et gel de la matrice. C'est le palier de consolidation.
- Le refroidissement du moule jusqu'à une température de démoulage (température en dessous de la quelle on observe plus de variations dimensionnelles). Puis le contre moule est ouvert afin d'accélérer le refroidissement.

I.3 Présentation des matériaux de l'étude

Les matériaux étudiés au cours de cette thèse sont des composites. Par définition un matériau composite résulte de l'association de deux constituants. Des renforts dont le rôle est de reprendre les

efforts mécaniques appliqués au matériau, et une matrice qui assure 3 fonctions essentielles : un rôle de protection des renforts, un rôle de transferts aux fibres des sollicitations mécaniques extérieures, et enfin un rôle de transfert progressif de charge entre les différents renforts. Dans notre cas, les renforts utilisés sont des fibres longues de carbone associées à des matrices polymères. Ce type de composites présentent plusieurs avantages : des propriétés mécaniques spécifiques (propriétés normalisées par la masse volumique) très élevées par rapport aux métaux avec tous les avantages qui en découlent et qui ont déjà été évoqués précédemment; une anisotropie qui permet d'orienter les renforts dans les directions de sollicitation, minimisant ainsi la quantité de matière nécessaire; une meilleure résistance à la corrosion et à la fatigue. Il faut préciser que les matières de base pour la presse à chaud ne sont pas des fibres et des polymères à l'état brut mais des feuilles (ou nappes ou encore plis) malléables et non collantes, constituées de renforts de fibres de carbone disposées suivant un arrangement donné qu'on appelle armure, et qui sont imprégnés de polymère insaturé. On leur donne le nom de préimprégnés ou « prepregs » dans le jargon des composites.

I.3.1 Les fibres

Les fibres de carbone utilisées sont des fibres hautes résistance de fabrication Tenax (HTA, HTS et STS) et Toray (T700). Leurs caractéristiques géométriques et mécaniques sont résumées dans le tableau I.1. On peut constater que finalement ces différentes fibres ont des propriétés physiques et mécaniques presque similaires. Cependant cela ne signifie pas forcément qu'elles se valent car elles n'ont pas forcément les mêmes capacités d'adhérence aux différentes matrices polymères, ce qui change tout. La particularité de chacune d'elles réside finalement dans les traitements supplémentaires (ensimage) apportés par les différents fabricants et fournisseurs.

Type de fibre → / caractéristique ↓	HTA	HTS	STS	T700
Diamètre moyen (µm)	7	7	7	7
Masse volumique (Kg/m^3)	1760	1770	1770	1800
Module d'élasticité en traction (GPa)	238	240	242	230 - 240
Contrainte à rupture en traction (MPa)	3950	4300	4240	4900
Déformation à rupture en traction (%)	1,7	1,8	1,75	2 – 2,1

Tableau I.1. Résumé des principales caractéristiques des fibres carbone utilisées

I.3.2 Les matrices

Les polymères utilisés comme matrices au cours de cette thèse sont ceux couramment rencontrés en aéronautique, à savoir les thermodurcissables (TD) époxy et les thermoplastiques (TP) PEEK, PPS et PEI. Les principales propriétés d'usage de ces matrices sont résumées au tableau I.2. On peut remarquer qu'en termes de coûts, les matrices époxy sont de loin les plus avantageuses. Cela est tout à fait logique puisque l'industrie des composites pour l'aéronautique s'est bâtie autour de cette résine, d'où la maturité atteinte par l'industrie des époxy qui a bénéficié de la plupart des efforts de recherche.

Matériau	Nature	ρ (Kg/m3)	Tg (°C)	Indice prix	E (GPa) à 23 °C	Rm (MPa) à 23°C	T°max d'utilisation (°C)
Poly(ether ether cétone) **PEEK**	TP amorphe & semi cristallin T°fusion : 335°c	1263-1401	143	240	3.8	120 - 140	250
Polysulfure de phénylène **PPS**	TP amorphe & semi cristallin : T°fusion : 285°c	1230-1425	85-100	180	10-27	130 – 190	250
Epoxy classe>120 **EP**	TD amorphes; colorés	1100-1500	>120	40	3 – 5	15-70	120 – 200
Poly (éther imide) **PEI**	TP amorphe	1270	217	99	2.9 -3.2	90 – 110	170 - 180

Tableau I.2. Principales propriétés d'usage des matrices sélectionnées pour l'élaboration des matériaux. [Kausch *et al* , 2001], [Carrega & Coll, 2004], [Aucher, 2009].

Caractéristique à comparer	Matrices TD	Matrices TP
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide prêt à l'emploi
stockage	réduit	illimité
Mouillabilité des renforts	Aisé	difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
cycle	Long (cuisson)	court
Tenue au choc	limitée	Assez bonne
Tenue thermique	bonne	Réduite (sauf nouveaux TPs)
Absorption d'eau	Importante (jusqu'à 2% en masse)	Peu hygroscopique
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charges	recyclables
Conditions de travail	Emanation des solvants	propreté

Tableau I.3. Principales différences entre les thermoplastiques et les thermodurcis [Berreur *et al*, 2002]

Les matrices TP quant à elles après avoir suscité un intérêt dans les années 1980, ont été reléguées au second plan avant d'être remises à l'ordre du jour ces dernières années. En effet, grâce à leur cycle thermique réversible qui leur offre infiniment plus de possibilités de récupération et de recyclage par rapport aux TD [recyclage 3], elles répondent mieux au problème d'éco-conception qui semble se généraliser. De plus, elles (les matrices TP) confèrent aux composites une meilleure capacité d'absorption d'énergie d'impact et donc une meilleure ténacité. Enfin,, certaines d'entre elles présentent une bien meilleure tenue en température que les époxy. Leur inconvénient majeur réside dans leur coût assez élevé et leur mouillabilité difficile avec les fibres de carbone. Un tableau comparatif entre les matrices TD et TP est donné au tableau I.3.

I.3.3 Les préimprégnés ou prepregs

Trois types d'armures (arrangements de renforts) ont été utilisées dans les prepregs ayant servis au moulage des stratifiés. La première est de type unidirectionnelle (UD) où toutes les fibres dans le pli sont orientées suivant la même direction. La seconde est un tissu 2D dit satin de 5 où les fibres réunis en paquets pour former des fils appelés mèches ou torons (association de plusieurs fils en torsion) sont utilisés pour réaliser un tissage comme indiqué à la figure I.3. On parle de satin de 5 parce que chaque toron de chaine et de trame couvrent respectivement 4 torons de trame et de chaine avant de repasser en dessous (figure I.3). Les satins mis en œuvre dans notre projet sont en plus dits équilibrés car les torons dans les 2 directions principales du tissu (torons de chaine et torons de trame) sont de même nature et en nombres égaux (7,0 x 7,0 torons/cm). Le troisième type d'armure est celui qualifié de quasi-unidirectionnel (QUD). Au sein d'un pli quasi-UD, on a en en général au moins 90% de fibres dans un sens et au plus 10% dans l'autre. Dans notre cas, nous avons entre 90% et 95% de fibres de carbone sous forme de mèches/torons dans une direction (direction longitudinale), et entre 5 et 10% de fibres de verre orientés dans la direction transverse aux fils de carbone. Ces fibres de verres n'ont à priori aucun rôle mécanique à jouer et servent juste à maintenir les fils de carbone. Cependant, Nous verrons plus loin que leur présence peut influencer de façon significative le comportement mécanique des matériaux à plis quasi-UD.

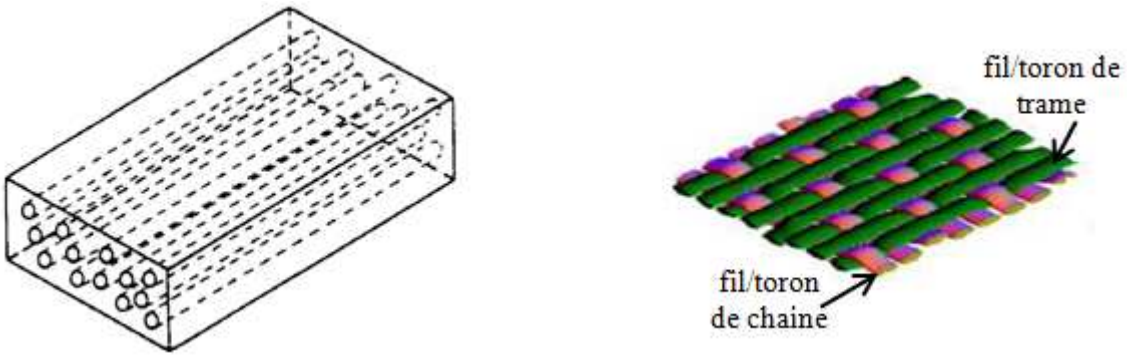


Figure I. 3. Représentation schématique des armures unidirectionnelle (à gauche) et satin 5 (à droite).

Les trois types d'armures de fibres sont ensuite imprégnés de polymères insaturés pour former les prépregs proprement dits. Les différentes techniques d'imprégnation des armures sont représentées à la figure I.4 [Fujihara K. et al, 2004]. Dans le cas (a), le prepreg consiste en un empilement alterné de nappe de renforts et de polymères. Cette technique est davantage applicable avec des polymères très peu visqueux si on veut pouvoir mouiller toutes les fibres dans un délai acceptable. Dans le cas (b), un filament de polymère insaturé entoure chaque fil ou toron de fibres. Dans le cas (c), la nappe de renfort est saupoudrée ou imbibée de polymère en surface. Le problème avec cette méthode est à peu près similaire au premier cas avec en plus un décrochage possible des poudres lors des manipulations. Dans la méthode (d), les torons formés uniquement de fibres de polymères se mêlent et s'entrecroisent avec les torons de renforts. Enfin dans le derniers cas (e), les fibres de polymères se mêlent aux fibres de renforts dans le même toron. De toutes ces méthodes, les deux dernières dites méthodes

d'imprégnation à cœur seraient les plus efficaces mais leurs coûts et le nombre réduit de fournisseurs font qu'elles sont finalement très peu utilisées.

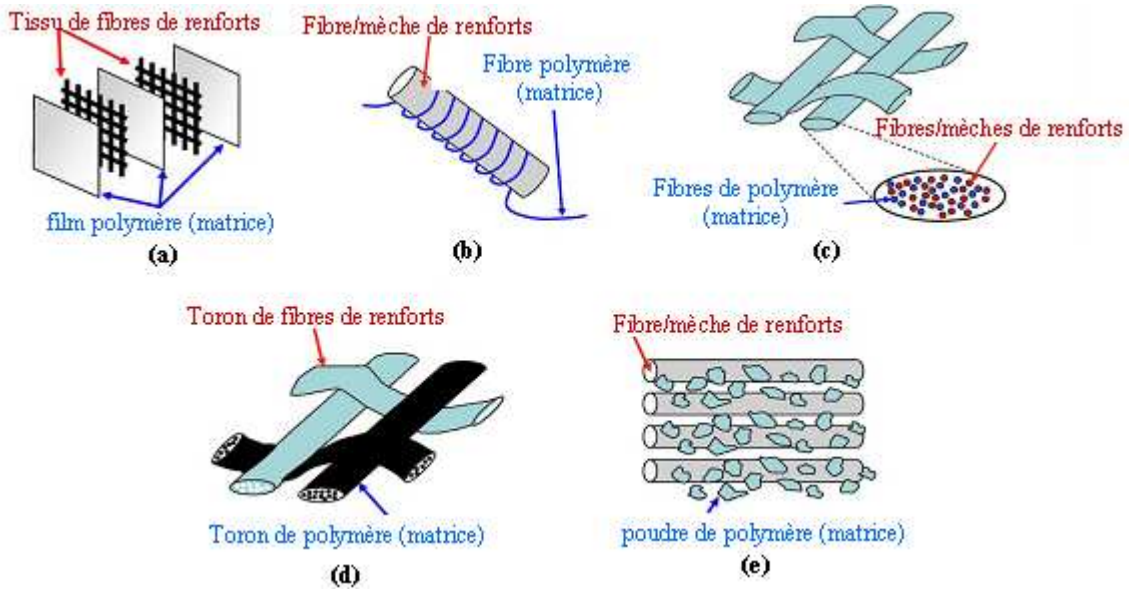


Figure I. 4. Différentes façon de réaliser des prépregs [Fujihara K. *et al*, 2004].

Dans notre étude, les prepregs utilisés pour le moulage des matériaux proviennent de quatre fournisseurs que je nommerai P, S, C, et H qui utilisent des techniques d'imprégnation différentes. Les fabricants P, C et H utilisent des techniques similaires à la (c) de la figure I.4. Le fabricant S quant à lui est plutôt proche des méthodes (b) et (e). Les prepregs de ce dernier seraient donc à priori les plus avantageux car permettant une imprégnation dite à cœur. Cependant le caractère meilleur ou pas d'un prepreg par rapport à un autre dépendra aussi de la maitrise du procédé de moulage.

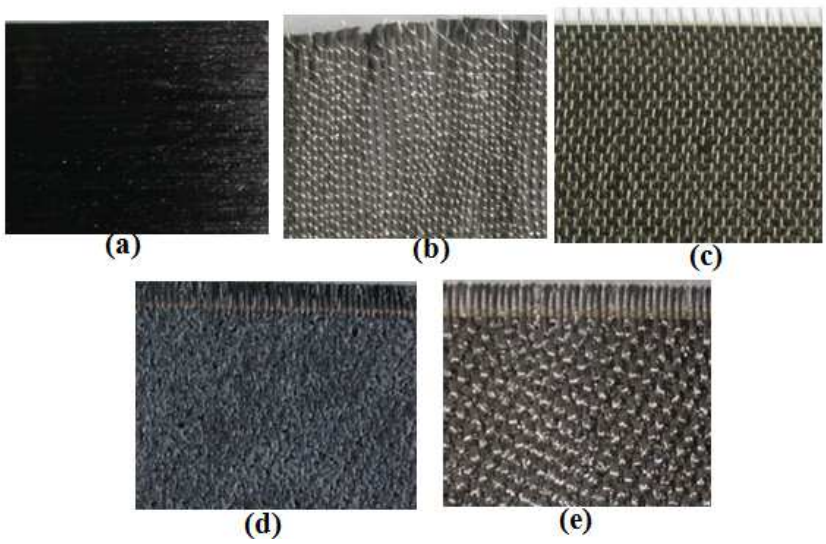


Figure I. 5. Illustration des différents semi-produits (prepregs) moulés : (a) APC2_C_UD ; (b) Peek_S_QUD ; (c) Pei_P_QUD ; (d) Peek_P_satin5 ; Pei_P_satin5.

Une autre différence et non des moindres entre les prepregs du fournisseur S et ceux des fournisseurs P, Cet H réside dans le fait que la fibre de carbone utilisée par le fabricant P est craquée. Cela signifie que les mèches/torons réalisés avec cette fibre ont la capacité de se rallonger à chaud, ce qui leur donnerait à priori l'avantage de mieux épouser les zones à formes complexes (formes 3D) au cours du moulage. Cependant, cela nécessite aussi une plus grande maitrise du procédé pour éviter les sur-élongations (rallongements inutiles de fibres). Un aperçu des différents prepregs est donné à la figure I.5. Pour désigner les différents matériaux par un nom, nous avons adopté le code suivant : la première partie du nom désignera la nature de la matrice, la seconde le nom du fournisseur et la troisième le type d'armure. Ce principe de nomenclature sera utilisé tout au long du texte.

Après moulage des matériaux, les images de microstructures des tissus satins de 5 et quasi-UD (figure I.6), montrent bel bien les ondulations des fils/torons de carbone du quasi-UD dues à la présence des fils/torons de verre dans le sens transverse. Ainsi les fibres de carbone dans le quasi-UD ne sont pas tout à fait tendues comme on pouvait l'espérer ou le croire et ces ondulations bien que légères ne seront pas sans conséquences sur les propriétés mécaniques de ces matériaux comme nous le verrons ultérieurement.

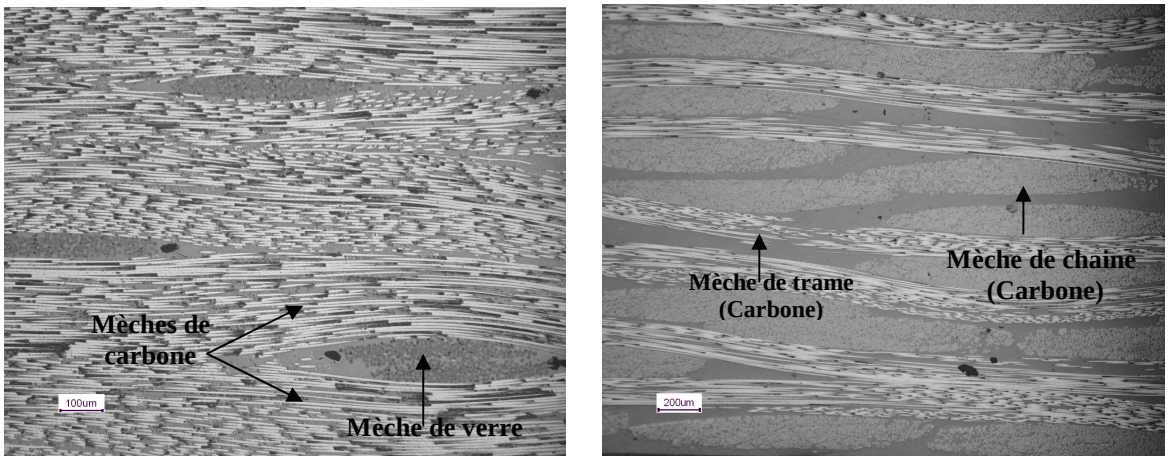


Figure I. 6. microstructures comparées des composites à plis quasi-UD et à plis satin de 5 : à gauche le Peek_S_QUD ; à droite le Peek_P_satin5.

Dans ce chapitre, nous avons présenté de façon succincte les tenants et les aboutissants de cette thèse, ainsi que les données et les éléments de base de notre travail. Nous allons maintenant aborder de manière plus approfondie l'analyse expérimentale des matériaux étudiés.

Bibliographie.

[Aucher, 2009] : Jérémie Aucher. Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse de Doctorat de l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées de Rouen, 2009.

[Bassery J., 2011] : Josserand Bassery. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.

[Berreur *et al*, 2002] : L. Berreur, B. de Maillard, S. Nösperger. Etude prospective stratégique sur les matériaux composites. L'industrie française des matériaux composites, 2002.

[Carrega et Coll, 2004] : Marc Carrega et Coll. Matériaux industriels, matériaux polymères, édition Dunod, 2004.

[Fujihara K. *et al*, 2004] : K. Fujihara *et al*. "Influence of processing conditions on bending property of continious carbon fiber reinforced PEEK composites". Composites Science and Technology 64, p. 2525-2534, 2004.

[Hans-Henning Kausch *et al*, 2001] : Hans-Henning Kausch *et al*. Matériaux polymères, propriétés mécaniques et physiques. Collection Traité des matériaux, édition presses polytechniques et universitaires romandes, 2001.

Chapitre II :
Caractérisation physico-chimique des matériaux moulés.

RESUME : *Dans ce chapitre, il est question de fixer un peu plus les bases de l'étude en évaluant certaines propriétés physico-chimiques des stratifiés moulés. Ces données sont indispensables à la compréhension et à l'interprétation des résultats des futurs essais mécaniques. Ce sont le taux volumique de fibres, le taux de porosités, la densité (masse volumique), la température de transition vitreuse (Tg) et le taux de cristallinité dans le cas des composites à matrices semi-cristallines. Les résultats montrent des matériaux légers avec un taux de porosité très bas et tout à fait dans les exigences aéronautiques (taux de porosité < 2%), signe d'une bonne maitrise du procédé. Les autres propriétés physico-chimiques quant à elles sont tout à fait conformes aux valeurs rencontrées dans la littérature sur des matériaux similaires.*

II.1 Le moulage des éprouvettes 13
II.2 La transition vitreuse et le taux de cristallinité des stratifiés moulés 13
II.2.1 L'analyse thermique différentielle 13
II.2.2 L'analyse thermomécanique dynamique 15
II.3 La masse volumique des stratifiés 17
II.4 Les taux volumiques de fibres, de matrice et de porosités des stratifiés 17

II.1 Le moulage des éprouvettes

Pour caractériser les matériaux, il faut mouler des éprouvettes. Généralement, l'option choisie dans la plupart des cas est le moulage de simples plaques dans lesquelles sont prélevés les échantillons pour la caractérisation. Dans notre cas, nous avons opté pour une forme en cuvette représentée à figure II.1.

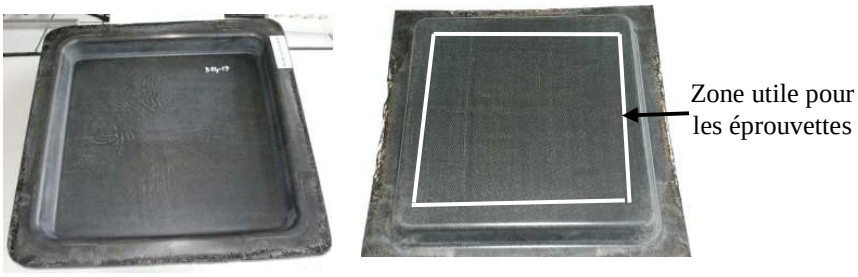


Figure II. 1. Illustration de la forme test retenue pour l'étude.

Le choix de cette forme recèle plusieurs avantages. Non seulement elle permet de mesurer les propriétés mécaniques des matériaux sur des éprouvettes qui sont prélevées dans le fond plat, mais permet aussi d'évaluer l'aptitude du procédé au formage 3D des différents prepregs. En effet, Il se trouve que la présence des coins de valises et des bords de cuvettes qui sont des zones sensibles impliquant de grandes déformations va créer des perturbations (plissements, désalignements, cisaillements…) du fait de la difficulté des plis à épouser ces zones. Ces perturbations vont se propager des bords vers le centre des cuvettes et plus une matière sera apte au procédé, moins l'impact de ces perturbations sera ressenti au niveau de ses propriétés mécaniques. Ainsi avec une telle forme, on évalue simultanément l'impact du procédé puisque les propriétés mesurées sont quasiment des propriétés effectives sur pièce réelle, contrairement à un moulage de simple plaque qui est un cas idéal fournissant forcément des propriétés mécaniques maximales. L'ensemble des matériaux dont nous ferons l'étude sont résumés au tableau II.1. Leurs noms obéissent au code de nomenclature expliqué au chapitre I. Avant de poursuivre, j'aimerai préciser que la grande majorité des essais physico-chimiques de ce chapitre ont été réalisées au laboratoire de l'Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP) de l'INSA Lyon (partenaire du projet CRISTAL) , qui nous a fourni les résultats.

II.2 La transition vitreuse et le taux de cristallinité des stratifiés moulés

Pour évaluer la température de transition vitreuse et le taux de cristallinité des stratifiés, nous avons mis en œuvre les 2 principales techniques généralement utilisées dans le cas des polymères. Ce sont la DSC (Différential Scanning Calorimetry) et la DMTA ((Dynamical Thermo-Mechanical Analysis)

II.2.1 L'analyse thermique différentielle

La DSC est une technique basée sur la mesure du flux thermique nécessaire pour que la température augmente ou diminue à une vitesse choisie. Ce flux thermique est lui même proportionnel

à la capacité calorifique du matériau à une température donnée. Ainsi, toute transformation physique ou thermodynamique majeure intervenant dans le matériau soumis à une rampe de température se manifestera sur le thermogramme (le graphe flux de chaleur en fonction de la température) par une rupture de pente comme dans le cas de la transition vitreuse, ou encore par un pic dont l'aire est proportionnelle à l'enthalpie de la transformation mise en jeu. Dans le cas des stratifiés à matrices thermoplastique, un pic exothermique (le matériau libère de façon brusque un flux de chaleur) traduira une cristallisation et un pic endothermique (le matériau consomme de façon brusque un flux important de chaleur) une fusion. L'aire en dessous du pic représente alors l'enthalpie de cristallisation ou de fusion. Connaissant l'enthalpie molaire de fusion du polymère cristallin ($\Delta H_{100\%}$), on peut grâce à ces informations déduire le taux de cristallinité (χ) du stratifié donné par la relation (II-1) :

$$\chi(\%) = \frac{(\Delta H_{fusion} - \Delta H_{\substack{cristallisation \\ froide}}) \times 100}{\Delta H_{100\%} \times \tau} \qquad \text{avec} \qquad \text{(II-1)}$$

τ le taux de polymère dans le l'échantillon.

ΔH_{fusion} l'enthalpie de fusion du stratifié donnée par l'aire en dessous du pic de fusion,

$\Delta H_{\substack{cristallisation \\ froide}}$ l'enthalpie de cristallisation à froid (cristallisation intervenant avant la fusion) donnée par l'aire en dessous du pic. En effet, Il arrive que le stratifié soit refroidi rapidement, figeant le polymère dans un état métastable c'est-à-dire avec des processus de cristallisation inachevés. Ainsi, lors de la montée en température, les processus « en mémoire » reprennent leur cours et il faut retrancher cette contribution à l'enthalpie de fusion qui intervient après afin de déterminer le taux de cristallinité initial du stratifié.

Matrice			**Renfort**		**Fabricant du prepreg**	**Référence produit**	**Nom du matériau moulé**
Type	Fournisseur	Référence	Fibre	Armure			
PEEK	Evonik	Poudre VESTAKEEP	HTA40 3K	Satin 5	P	Pipreg 03106-1250P8553	peek_P_satin
PEEK	Victrex	PEEK	STS40 24K	Satin 5	S	90160P	peek_S_satin
PEEK	Victrex	PEEK	STS40 24K (trame verre)	Quasi-UD(95/5)	S	90161P	peek_S_QUD
PEEK	Cytec	APC2	AS4 3K	UD	C	APC2/34%/AS2	APC2_C_UD
PPS	Ticona	Fortron	HTA40 3K	Satin 5	P	Pipreg 03106-250P3153	pps_P_satin
PPS	Toray	Torcon	STS40 24K (trame verre)	Quasi-UD(95/5)	S	90166P	pps_S_QUD
PEI	SABIC IP	Ultem 1040	HTS40 12K (trame verre)	Quasi UD (90/10)	P	Pi preg 13796-1000P4453	pei_P_QUD
PEI	SABIC IP	Ultem 1040	HTA40 3K	Satin 5	P	Pi Preg 13796-1000P4453	pei_P_satin
PEI	SABIC IP	Ultem 1010	STS40 24K	Satin 5	S	90178P	pei_S_satin
Epoxy		M77	T700 24K	UD	H	M77/39%/UD300/T700	M77_H_UD
Epoxy		M42	HTA 3K	Satin 4	H	M42/50/G939	M42_H_satin

Tableau II.1. Résumé des différents semi-produits mis en œuvre et le nom des matériaux associés.

Des échantillons carottés dans l'épaisseur de la zone plane des cuvettes sont soumis à une rampe de 2,5°C/min à partir de l'ambiante jusqu'à une température maximale variable suivant le matériau, puis refroidis à une vitesse de 10°C/min. la figure II.2 donne des exemples de thermogrammes obtenus. Comme on peut le voir, la Tg n'est pas toujours facile à détecter par DSC, aussi bien pour les matrices thermoplastiques que pour les matrices époxy. Il est donc nécessaire de recourir à une autre méthode, notamment la DMTA sur la quelle on reviendra ultérieurement. Par contre, concernant le taux de cristallinité et la température de fusion, on obtient des mesures assez précises. Les résultats consignés dans le tableau récapitulatif II.2 montrent qu'on a des taux de cristallinité autour de 40% pour les stratifiés à matrice PEEK et 50% pour ceux à matrice PPS. Ces valeurs assez élevées sont en accord avec les vitesses de refroidissement suffisamment lentes (1 à 3°C/min) adoptées lors du moulage et qui donne le temps nécessaire à la cinétique de cristallisation de s'opérer. De plus, la présence des fibres favorise la cristallisation en jouant le rôle de support pour la nucléation des cristallites : c'est le phénomène de transcristallinité bien détaillé par [Hong-Ming *et al*, 1994] et [Parlevliet *et al*, 2006].

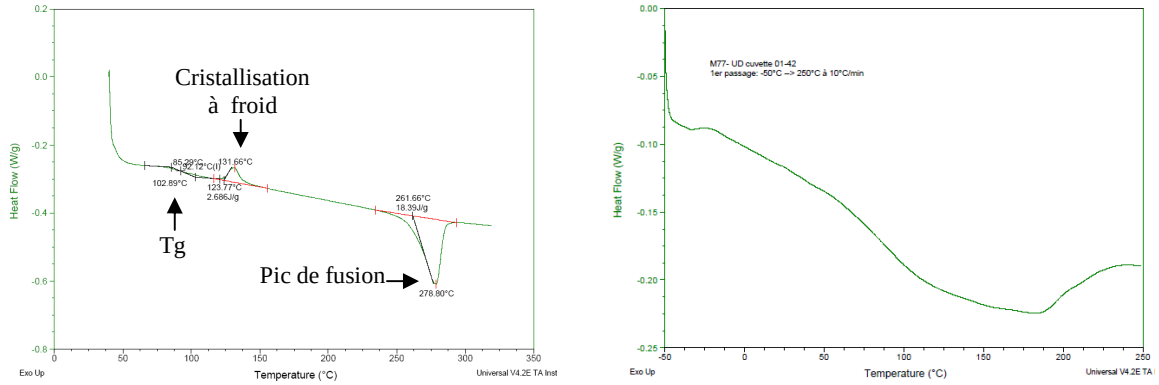


Figure II. 2. Exemples de thermogrammes DSC : à gauche, cas du pps_P_satin avec un pic de cristallisation à froid suivi d'un pic de fusion ; à droite, cas du M77_H_UD sur le quel il est impossible de d'identifier la Tg.

II.2.2 L'analyse thermomécanique dynamique

La DMTA consiste à appliquer simultanément une sollicitation dynamique et une rampe de température à un échantillon puis à mesurer sa réponse. Le rapport entre la sollicitation et la réponse nous fournissent alors une (des) propriété(s) du matériau dont l'évolution avec la température nous permet de caractériser sa transition vitreuse. En effet, les analyses impliquant des sollicitations dynamiques permettent de révéler la viscosité des matériaux testés, viscosité qui se manifestera par un déphasage entre le chargement appliqué et la réponse mesurée. Ainsi on aura plus un rapport de proportionnalité simple entre l'excitation et la réponse du matériau. Cela se traduira concrètement par l'obtention des propriétés mécaniques de type complexe dont la partie réelle représente la part de réponse proportionnelle (élastique) à l'excitation, et la partie imaginaire la part retardée ou déphasée (les perte) qui est due à la viscosité. Le déphasage encore appelé angle de perte peut alors être quantifié par le rapport entre la partie imaginaire et la partie réelle.

Dans le cas de la transition vitreuse qui nous intéresse, des sollicitations dynamiques en torsion et en flexion à isofréquence de 1Hz ont été appliquées aux échantillons, simultanément à une rampe de

température (2,5°C/min dans notre cas). Les cas particuliers de 2 stratifiés à matrices PEEK et PPS sollicités en flexion 3 points avec un déplacement dynamique d'amplitude 50µm sont illustrés à la figure II.3. Le passage progressif d'un état vitreux où le comportement est élastique (proportionnalité totale entre sollicitation et réponse) à un état amorphe va se traduire par une diminution progressive de la part de réponse élastique (E '). à l'inverse, on aura une augmentation de la part visqueuse (E'') et donc du déphasage (tanδ = E''/E'), puisque le ramollissement progressif de la matrice augmente le caractère visqueux du matériau. Ce déphasage va croitre et atteindre un maximum au moment précis où le matériau change de phase de l'état vitreux à l'état amorphe. La température de ce maximum correspond alors à la Température de transition vitreuse (Tg)

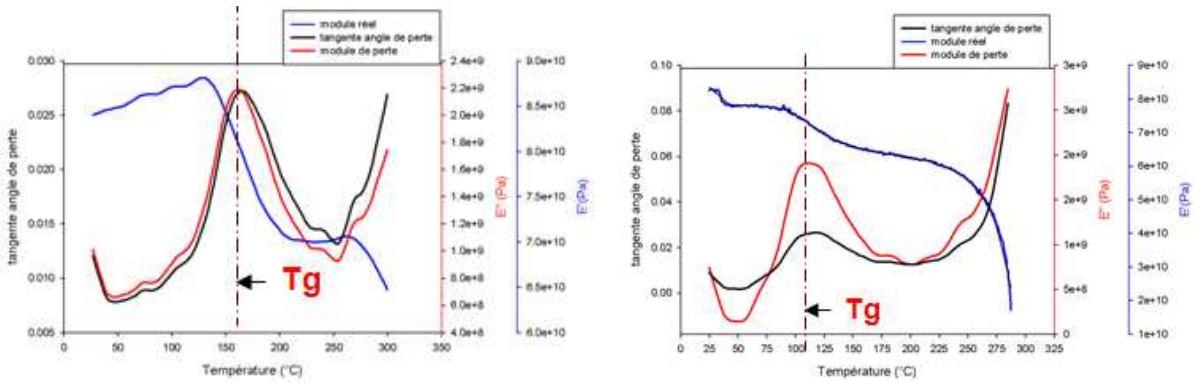


Figure II. 3. Evolution avec la température des modules de flexion (E'), de perte (E'') et du facteur de perte des DMTA en flexion des stratifiés peek_S_QUD avec χ = 43% (à gauche) et pps_S_QUD avec χ = 58% (à droite).

Sur la figure II.3, on peut lire une Tg de 160 °C pour le matériau à matrice PEEK et 110°C pour celui à matrice PPS, soit environ 20° de plus que les Tg des polymères bruts du tableau I.2. Cela est compréhensible car la sollicitation en flexion met aussi à contribution les fibres de carbone qui confèrent une rigidité supplémentaire. Avec une sollicitation mettant moins à contribution les fibres comme la torsion, on obtiendrait des Tg beaucoup plus proches de celles des matrices brutes. La figure II.4 illustre bien cette influence du mode de sollicitation en DMA sur la valeur de la Tg du stratifié APC2_C_UD, sur le quel on obtient une Tg de 180°C en flexion contre 156° en torsion. Pour la suite, les valeurs de Tg considérées seront uniquement celles obtenues avec une sollicitation en torsion à 1Hz de fréquence, 0.1% de déformation et 2,5°C/min de rampe.

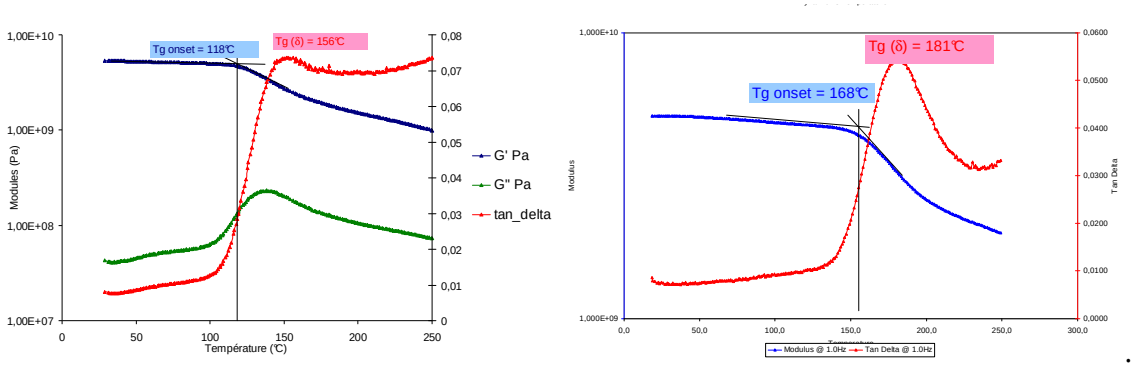


Figure II. 4. DMTA en torsion (à gauche) et en flexion (à droite) du stratifié APC2_C_UD. Evolution avec la température du module élastique de cisaillement (G'), du module de perte (G'') et du facteur de perte Tan(δ)

Une dernière remarque intéressante à signaler lorsqu'on observe la figures II.3 est la différence entre les 2 stratifiés de l'ampleur de la chute du module élastique (E') à la Tg et de l'étendue du plateau caoutchoutique qui s'en suit et qui est caractéristique des matrices TP semicristallines. En effet, plus le taux de cristallinité sera élevé, moins importante sera l'ampleur de la chute et plus étendue sera le plateau caoutchoutique. La cristallinité renforce donc le caractère élastique des polymères et par conséquent du composite. L'ensemble des résultats obtenus sont consignés au tableau récapitulatif II.2. De façon générale, les valeurs de Tg obtenues sont assez proches de celles des polymères bruts à quelques degrés près. De plus, quelque soit le fabricant, les Tg des stratifiés ayant des matrices de même famille ont des valeurs quasiment identiques. Les petites différences qu'on peut observer sont dues aux adjuvants et durcisseurs que les différents fournisseurs ajoutent aux polymères bruts et qui sont des secrets de fabrication aux quelles nous n'avons pas accès.

II.3 La masse volumique des stratifiés

La masse volumique (ρ) des stratifiés a été déterminée à l'aide du principe d'Archimède qui stipule que la force de poussée d'un liquide sur un solide immergé est égale au poids de liquide déplacé. Le principe consiste à effectuer 2 pesées : l'une dans l'air pour mesurer la masse dans l'air (m_{air}) et l'autre dans l'eau pour mesurer la masse apparente dans l'eau ou encore masse de poussée (m_{app}). En traduisant mathématiquement le principe d'Archimède sur l'échantillon immergé, on en déduit sa masse volumique comme le résume l'équation II-2:

$$\rho_L \times \frac{m_{air}}{\rho_S} \times g = m_{app} \times g \quad => \quad \rho_S = \rho_L \times \frac{m_{air}}{m_{app}} \tag{II-2}$$

Dans l'équation II-3, ρ_L représente la masse volumique du liquide utilisé (l'eau), le rapport m_{air}/ρ_S le volume de l'échantillon, g l'accélération de la pesanteur et ρ_S la masse volumique de l'échantillon. Pour les pesées, une balance électronique de type METTLER TOLEDO munie de ses accessoires a été mise à contribution. Pour chaque matériau, la moyenne a été faite sur 3 échantillons prélevés dans le fond plat des cuvettes. Les résultats sont consignés au tableau récapitulatif II.2.

Comme on pouvait s'y attendre, les masses volumiques de toutes les matières sont comprises entre celles de leurs matrices et fibres respectives, et varient entre 1,5 g/cm^3 et 1,6 g/cm^3. Ce sont des matériaux très légers. Par ailleurs, l'application de la loi des mélanges [Berthelot, 2005] en se servant des masses volumiques des fibres et matrices données au chapitre I et de leurs taux volumiques donnés au tableau II.2, on obtient quasiment les mêmes valeurs qu'expérimentalement.

II.4 Les taux volumiques de fibres, de matrice et de porosités des stratifiés

Le principe mathématique de la détermination de ces 3 entités a été largement décrit dans la littérature [Berthelot, 2010] et nous allons juste le rappeler de façon très succincte.

En effet, si on considère un composite de masse m_c et de masse volumique ρ_c formé de n constituants matériels (les porosités n'en faisant pas partie) de masse m_i et de masse volumique ρ_i, alors, le taux massique (*Pi*) du constituant i est donné par $Pi = \frac{m_i}{m_C}$. On démontre que son taux volumique (*Vi*) est lié au taux massique par la relation $Vi = \frac{\rho_C}{\rho_i} \times Pi$. On peut alors en déduire le taux volumique de porosités (Vp) par la relation $V_p = 1 - \sum_{i=1}^{n} Vi$. La détermination de ces valeurs nécessitent donc la mesure des masses des différents constituants matériels du composite et dans le cas d'un système binaire à deux constituants comme le notre, la mesure d'un seul des deux suffit puisqu'on a en plus la relation $\sum_{i=1}^{n} Pi = 1$ ($P_1 + P_2 = 1$). 3 techniques principales sont utilisées pour évaluer la masse des fibres et de la matrice dans les composites à matrice organique. Ce sont la pyrolyse, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la dissolution acide de la matrice.

La pyrolyse consiste à porter le composite à très haute température dans un four pour provoquer la dégradation et l'évaporation/sublimation complète de la matrice polymère pour ne laisser que les fibres dans le creuset. Par pesée, on peut alors déterminer la masse des fibres et remonter à toutes les propriétés recherchées. La limite de cette méthode est qu'elle n'est pas applicable aux composites à fibres sensibles à l'oxydation comme les fibres de carbone dont le début de la dégradation se situe autour de 600°C [Berthelot, 2010]. On aboutit dans ces cas à une sous estimation de la masse des fibres du fait qu'une partie s'est oxydée et sublimée en même temps que la matrice polymère. La pyrolyse, plutôt efficace dans le cas des composites à fibres de verres qui elles sont insensibles à l'oxydation n'a pas été utilisée dans le cadre de cette thèse pour les raisons évoquées.

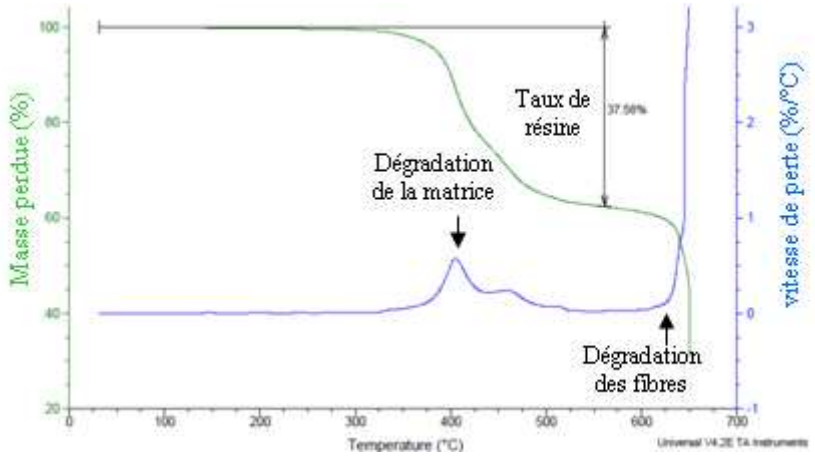


Figure II. 5. Courbes ATG sous air du M42_H_satin moulé à 30 bars, de 25 à 650°C et à 10°C/min.

Concernant la méthode ATG, elle est utilisée à la base pour l'étude de la dégradation en isotherme ou suivant une rampe de température des constituants des composites. L'évolution de la perte de masse et de la vitesse de perte en fonction de la température permet alors d'identifier les débuts et fins

de dégradation de la matrice et des fibres, et d'en déduire le taux de résine. Cette technique est très utile pour caler les paramètres de moulage comme les rampes de température, les températures maximales admissibles (Température de dégradation de la matrice) ainsi que les durées des paliers isothermes. Un exemple de courbes ATG du stratifié M42_H_satin de 25°C à 650°C avec une rampe de 10°C/min est illustré à la figure II.5. La dégradation du polymère débute vers 350°C et sa température de dégradation est donnée par le pic sur la courbe de vitesse. Un palier sur la perte de masse marque l'épuisement de polymère dans l'échantillon, suivi d'un saut de vitesse vers 625°C correspond au début de la dégradation des fibres de carbone.

Cette technique est finalement assez proche de la pyrolyse, à la différence que l'échantillon est plus léger (50–100mg) et que la pesée se fait in situ. La mesure se fait en 3 étapes : une première rampe de température sur le prepreg permet de déterminer la température de dégradation du polymère seul. Une deuxième rampe sur le polymère seul avec un palier d'environ 30 minutes à la température de dégradation identifiée permet d'évaluer la vitesse de dégradation du polymère à cette isotherme. Enfin, une troisième et dernière rampe de température cette fois sur le stratifié avec un palier isotherme à la température de dégradation du polymère. La durée du palier est fixée suivant la quantité approximative de matrice dans l'échantillon et dans le cas de nos échantillons, une durée de 30 minutes s'est avérée suffisante. Cette technique présente l'avantage que la petite taille de l'échantillon permet une dégradation rapide de la matrice, limitant ainsi la possibilité d'oxydation des fibres. Cependant, le problème de l'oxydation des fibres de carbones demeurent et il est parfois nécessaire de travailler sous atmosphère non oxydante comme l'Azote. En plus d'une mise en œuvre un peu lourde, un autre inconvénient majeur de cette méthode est la taille très réduite de l'échantillon qui n'est pas toujours représentative du matériau. Cette méthode n'a été utilisée que pour les matériaux sur les quels la dissolution acide de matrice que nous détaillons plus bas n'était pas efficace.

Enfin pour ce qui est de la méthode par dissolution acide de matrice, c'est celle que nous avons privilégié. Elle consiste à dissoudre la matrice polymère avec une solution acide, mélange à chaud (~160°C) d'acide sulfurique et d'eau oxygénée (respectivement environ 30mL et 40 mL). C'est une méthode assez efficace puisqu'elle permet de s'affranchir du problème de l'oxydation des fibres de carbone. Cependant, elle nécessite beaucoup de précautions pour s'assurer une dissolution complète de la matrice et un séchage complet après rinçage, au risque de surestimer la masse des fibres. L'ensemble des résultats obtenus sont consignés au tableau récapitulatif II.2.

Les valeurs obtenues pour les taux de fibre sont tout à fait dans les gammes rencontrées pour des matériaux identiques dans la littérature [Aucher, 2009], [Bassery J., 2011]. Cependant, on peut noter que les taux de fibres dans les matériaux du fabricant S sont un peu en dessous de leurs homologues de fabrication P, notamment les peek_S_satin et pei_S_satin qui sont respectivement 1,2% et 6% plus bas que les peek_P_satin et pei_P_satin. Cela proviendrait du fait que les mêmes cycles de moulage ont été utilisés pour ces matériaux dont les constituants sont identiques mais sans doute de formulations un peu différentes d'un fournisseur à l'autre. Cela montre finalement qu'un cycle de mise en forme bon pour la matière d'un fournisseur ne l'est pas forcément pour la même matière en provenance d'un autre fournisseur à cause des adjuvants et additifs qui modifient les propriétés de la matrice. Ainsi, la provenance de la matière moulée est un paramètre dont il faut tenir compte lors de l'optimisation du cycle et dans l'interprétation des résultats d'essais.

Nom du matériau moulé	Tg (°C)	χ (%)	ρ (g/cm^3)	V_f (%)	Vp (%)
peek_P_satin	142,00	43,00	1,53	52,00	1,90
peek_S_satin	140,00	/	1,55	50 ,80	0,20
peek_S_QUD	140,00	34,00	1,58	56,40	0,30
APC2_C_UD	156,00	40,00	/	57,00	0,00
pps_P_satin	100,00	55,00	1,55	53,00	2,50
pps_S_QUD	104,00	52	/	56,20	0,20
pei_P_QUD	198,00	/	1,58	53,50	2,20
pei_P_satin	202,00	/	1,52	52,90	2,00
pei_S_satin	201,00	/	1,52	44,60	1,40
M77_H_UD	122	/	1,53	53 ,3	0 ,3
M42_H_satin	198	/	1,47	48,00	2,3

Tableau II.2. Tableau récapitulatif des propriétés physico-chimiques expérimentales des matériaux finaux ; mesures réalisées sur des éprouvette 2mm d'épaisseur environ.

Enfin, les taux de porosités quant à eux sont assez faibles et sont pour la plupart dans la norme exigée pour les applications aéronautiques (taux de porosité<2%). Ce faible taux de porosités est l'un des avantages du moulage à haute pression (hot pressing molding) qui permet de densifier au maximum le matériau. Ces données prendront tout leur sens lorsqu'elles seront corrélées aux propriétés mécaniques dont nous présenterons les résultats dans le prochain chapitre.

Bibliographie.

[Aucher, 2009] : Jérémie Aucher. Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse de Doctorat de l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées de Rouen, 2009.

[Bassery J., 2011] : Josserand Bassey. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.

[Berthelot, 2010]: J. M. Berthelot, Comportement mécanique et analyse des structures, Edition Masson 4ème édition, 2010.

[Hong-Ming *et al*, 1994] , Hong-Ming Lin *et al*. "Effects of high pressure on the crystallization and mechanical properties of carbon-fiber-reinforced poly (ether ether ketone) laminated composites". Composites Science and Technology 52, pp. 407-416, 1994.

[Parlevliet *et al*, 2006]: P. P. Parlevliet *et al*. "Residual stresses in thermoplastic composites – A study of literature- Part I: Formation of residual stresses". Composites Part A 37, pp. 1847-1857, 2006.

Chapitre III :
Caractérisation mécanique et Influence des conditions sévères sur le comportement mécanique des stratifiés.

RESUME : *Ce chapitre porte sur la caractérisation mécanique des stratifiés moulés avec le procédé de compression après impact et sur l'étude de l'influence des conditions sévères sur leur comportement mécanique. Un accent particulier est mis sur les effets de l'humidité, de la température et de l'impact. Des essais quasi statiques de traction, de traction trouée, de compression, de cisaillement plan (traction 45°), de cisaillement interlaminaire (flexion 3 points), de matage (joint boulonné) ainsi que l'essai dynamique d'impact suivi d'une compression quasi statique après impact ont été réalisés. Les matériaux sont sollicités dans un premier temps à l'état sain et à température ambiante (23-25°C), puis à l'ambiante et en Température après avoir été conditionnés dans une étuve à 85% d'humidité relative (HR) et 70°C jusqu'à saturation.*

Les résultats montrent dans un premier temps des propriétés mécaniques très honorables à l'état sain, avec des valeurs parfois bien meilleures que celles rencontrées dans la littérature sur des matériaux similaires, ce qui prouve l'aptitude du procédé au moulage des composites à hautes performances mécaniques. Ensuite, certains stratifiés comme ceux à matrices PPS, époxy M77 et PEEK paraissent plus affectés par le vieillissement hygrothermique que ceux à matrice PEI. Ces derniers par contre apparaissent avec les carbone/époxy M42_H_satin et M77_H_UD comme les matériaux les plus sensibles à la température. On note également que la technique d'imprégnation employée par les différents fournisseurs de prepregs aurait une influence sur la tenue mécanique dans ces conditions hostiles. Mais de façon générale, le couplage humidité-température provoque une chute assez dramatique des propriétés hors axe (axe des fibres) des stratifiés. Les essais d'impact quant à eux semblent exhiber une loi de décroissance de la contrainte résiduelle avec l'énergie d'impact ou la taille d'empreinte quasi identique pour tous les matériaux aussi bien à matrices époxy que thermoplastiques. Enfin, les essais de matage et de traction trouée nous montrent d'une part que le fait de poinçonner les trous à chaud réduit leur résistance au matage par rapport aux trous percés à froid lorsqu'ils sont sollicités à l'état sain et à l'ambiante. Par contre, cette tendance s'inverse dans les conditions sévères qui voient les trous poinçonnées à chaud se comporter beaucoup mieux que ceux percés à froid. D'autre part, ce procédé de poinçonnage de trous à chaud améliore de façon significative la capacité d'accommodation/relaxation des surcontraintes en bordure des trous. Cela se traduit par une résistance en traction trouée des éprouvettes poinçonnées à chaud quasiment égale à celle en traction lisse, alors que la résistance des éprouvettes percées à froid chute de 20% environ. Les conditions sévères quant à elles ne semblent pas induire d'abattement supplémentaire sur la résistance en traction trouée de tous les stratifiés.

III.1 Conditionnement des éprouvettes....23
III.1.1 Cinétique d'absorption d'humidité par les stratifiés....24
III.2 Comportement mécanique en traction quasi-statique....25
III.2.1 Description des moyens expérimentaux....25
III.2.2 Résultats et analyses....28
III.2.2.1 Cas de la traction longitudinale/chaine....28
III.2.2.2 Comportement en traction transverse/trame....32
III.2.2.3 Comportement en cisaillement plan (traction 45°)....34
III.3 Comportement mécanique en cisaillement interlaminaire (CIL)....38
III.3.1 Description des moyens d'essai....38
III.3.2 Résultats et analyses....40
III.3.2.1 Comportement à l'état sain....40
III.3.2.2 Influence des conditions sévères....42
III.4 Comportement en compression longitudinale/chaine et transverse/trame....42
III.4.1 Quelques rappels sur les mécanismes d'endommagement....42
III.4.2 Description des moyens d'essai....44
III.4.3 Résultats et analyses....45
III.4.3.1 Cas de la compression longitudinale/chaine....45
III.4.3.2 Cas de la compression transverse/trame....48
III.5 Comportement à l'impact et en compression après impact....49
III.5.1 Comportement à l'impact des stratifies....50
III.5.1.1 Le dispositif experimental et le traitement des données....50
III.5.1.2 Résultats et discussions....53
III.5.2 Comportement en compression après impact....60
III.5.2.1 Description des moyens d'essai....60
III.5.2.2 Résultats et analyses....61
III.6 Comportement en traction trouée et des assemblages boulonnés....65
III.6.1 Comportement mécanique des assemblages boulonnés....66
III.6.1.1 Description des moyens d'essai....66
III.6.1.2 Résultats et analyses....67
III.6.2 Comportement mécanique en traction trouée....74
III.6.2.1 Description des moyens d'essai....74
III.6.2.2 Résultats et analyses....76
III.7 Conclusion....80

III.1 Conditionnement des éprouvettes

Comme je l'ai mentionné au chapitre II, Les éprouvettes pour tous les essais de caractérisation sont prélevées dans des plaques elles mêmes prélevées dans le fond plat des cuvettes. Une fois ces éprouvettes prélevées, une partie de celles-ci est utilisée directement pour réaliser des essais à température ambiante (25°C) sur le matériau à l'état dit « sain ou neuf ». L'autre partie est placée dans des enceintes de vieillissement hygrothermique maintenue à 85% d'humidité relative (HR) et 70°C jusqu'à saturation complète. La cinétique d'absorption d'humidité par les éprouvettes est étudiée par une méthode gravimétrique sur éprouvettes suiveuses de forme carrée et de 7,5cm de coté. Les conditions de vieillissement utilisées et la méthode suivie sont celles exigées par la norme européenne pour l'aéronautique EN 3615. Une fois les éprouvettes arrivées à saturation, celles-ci sont testées à 25°C puis à haute température variable suivant les matériaux : 90°C pour ceux à matrice PPS, 120°C pour ceux à matrice PEEK et époxy, et enfin 130°C pour les matrices PEI. Le choix de ces températures a été guidé par les différentes applications prévues et on peut remarquer qu'elles sont toutes inférieures aux températures de transition vitreuses des différents stratifiés. En effet, il est plus sécurisant pour des applications mécaniques d'utiliser ces matériaux en dessous de leur Tg car au-delà, on risque des variations dimensionnelles, ce qui est très embêtant dans un secteur aussi sensible que l'aéronautique. L'ensemble des essais réalisés ainsi que les informations de base relatives à chacun d'eux sont résumés dans le tableau III.1. Mais avant d'aborder la phase de caractérisation proprement dite, nous allons dire quelques mots sur la cinétique d'absorption d'humidité par ces différents stratifiés.

Essais	Norme	Dimensions éprouvettes (mm) Longueur x largeur x épaisseur	Séquence	Vitessse de charge (mm/min)
Traction chaine/trame	EN 2561	250 x 20 x 2	[0°]n	2
Cisaillement plan	EN 6031	230 x25 x 2	[±45°]ns	2
CIL	EN 2563	20x10x2	[0°]n	1
Compression chaine/trame	ASTM D3410	40 x12.5 x 4	[0°]n	1
Traction troué	AITM 1.0007	250 x 24 x 2 Ø trou = 4mm	[0/+45/-45/90]ns	2
Matage	ASTM D5961	150 x 24 x 2 Ø trou = 4mm couple de serrage = 2.3N.m	[0/+45/-45/90]ns	1
Compression après impact	AITM 1.0010	150 x 100 x 4	[0/+45/-45/90]ns	0,5

Tableau III.1. Résumé des essais mis en œuvre ainsi que les normes associées. Le nombre n est un entier tel que les épaisseurs des éprouvettes soient les plus proches possibles des valeurs suggérées par les normes.

III.1.1 Cinétique d'absorption d'humidité par les stratifiés

La cinétique d'absorption d'humidité est évaluée sur des plaques suiveuses carrées de 7,5 cm de coté et 2mm en moyenne d'épaisseur, soumises à 85% d'humidité relative 70°C dans une étuve. La teneur en humidité (*M(t)*) des différents matériaux dans le temps est exprimée en pourcentage de masse par rapport à la masse du matériau sec (séché à 40°C pendant 5 jours) et calculée par la relation (III-1), où *m(t)* est la masse de l'échantillon à l'instant t et m_0 sa masse à l'état sec.

$$M(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \times 100 \qquad \text{(III-1)}$$

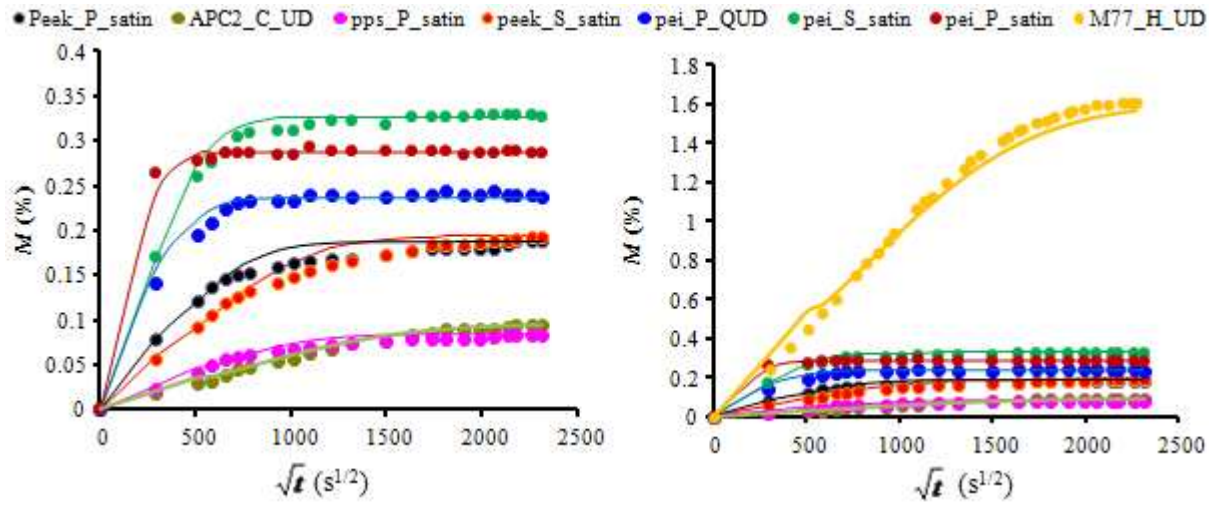


Figure III. 1. cinétique d'absorption d'humidité par les stratifiés soumis à 70°C et 85% d'humidité relative ; en traits continus les courbes issues de la résolution des équations de Fick ; à gauche cas des thermoplastiques seuls ; à droite, comparaison entre les thermoplastiques et l'époxy M77_H_UD.

La figure III.1 représente l'évolution du taux massique d'humidité en fonction de la racine carrée du temps. On constate de façon globale que la cinétique de diffusion de l'humidité est bel et bien Fickienne, c'est-à-dire l'eau absorbée est totalement libre dans le matériau et diffuse essentiellement dans les pores et les interstices. En effet, en supposant que la diffusion s'opère uniquement dans la direction de l'épaisseur (direction z) des plaques, celle-ci est régie par la deuxième équation de Fick qui s'écrit

$$\frac{\partial M}{\partial t} = D\frac{\partial^2 M}{\partial z^2} \qquad \text{(III-2)}$$

Dans cette équation, *D* est le coefficient de diffusion donné par l'expression (III.3), où h est l'épaisseur du stratifié, *Ms* la teneur en humidité à saturation, M_1 et M_2 les teneurs en humidité à 2 instants t_1 et t_2 du début de l'exposition. Les valeurs obtenues sont résumées au tableau III-2 et sont tout à fait dans l'ordre de grandeur des valeurs usuelles.

$$D = \pi\left(\frac{h}{4M_s}\right)^2\left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_2}}\right)^2 \qquad \text{(III-3)}$$

La résolution de l'équation (III-2) en considérant comme condition aux limites un taux d'humidité extérieur constant au cours du temps permet d'obtenir à un instant 't' donné, le taux massique théorique d'humidité absorbé par le stratifié. Ce taux est donné par l'expression (III-4) dans la quelle h représente l'épaisseur du matériau [Bonniau et Bunsell, 1981].

$$M(\%) = M_S(\%) \cdot \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left[-\frac{D \cdot t}{h^2} \cdot \pi^2\right]\right] \quad si \ \frac{D \cdot t}{h^2} > 0{,}05 \ \text{ ou } \ M(\%) = M_S(\%) \cdot \frac{4}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{D \cdot t}{h^2}} \quad si \ \frac{D \cdot t}{h^2} < 0{,}05 \quad \text{(III-4)}$$

Comme on peut le constater à la figure III.1, cette solution permet de représenter de façon assez satisfaisante la cinétique d'absorption d'humidité par les différents matériaux. Les légers décalages entre la théorie et les points expérimentaux proviennent du fait qu'on a fait des hypothèses très simplificatrices, notamment en négligeant les diffusions de l'humidité par les parois latérales des plaques et en considérant que l'eau est totalement libre dans le matériau et ne s'allie à aucune molécule, ce qui n'est pas toujours le cas en réalité. Des modèles plus complexes comme celui de Langmuir [Bonniau et Bunsell, 1981] qui prend en compte le fait que l'eau peut s'allier à d'autres molécules dans le matériau permettent de se rapprocher encore plus de la réalité.

La figure III.1 nous confirme également le caractère très peu hygroscopique des composites à matrice thermoplastiques par rapport aux thermodurcissables (époxy). En effet, le taux d'humidité massique maximal atteint par un carbone/thermoplastique est de 0,35% environ avec le matériau pei_P_satin, bien loin des taux d'humidité obtenus sur les carbone /époxy qui oscillent en général entre 0,8 et 2% ([Adam et Singh, 1997], [Bonniau et Bunsell, 1981], [Dorey *et al*, 1985], [Mercier *et al*, 2007], [Siva *et al*, 2009]), et qui vaut environ 1,6% dans le cas du stratifié M77_H_UD . Ces faibles valeurs sont aussi en accord avec le faible taux de porosités mesuré (voir tableau II.2) puisque les diffusions fickiennes s'opèrent à travers les interstices et les vides contenus dans les matériaux. C'est aussi là l'avantage d'un procédé comme le moulage par compression qui permet de densifier au maximum le matériau et donc de limiter la reprise d'humidité. Par ailleurs, on peut également remarquer que la cinétique d'absorption n'est pas la même pour toutes ces matières thermoplastiques. Les stratifiés à matrice PEI apparaissent comme les plus absorbantes, suivis des stratifiés à matrice PEEK à l'exception de l'APC2 qui est un grade de PEEK bien particulier. Enfin nous avons les stratifiés à matrice PPS et APC2 qui apparaissent comme les moins hygroscopiques avec moins de 0,1% d'humidité à saturation et des coefficients de diffusion près de vingt fois plus faibles que les stratifiés à matrice PEI.

peek_satin_P	peek_satin_S	pei_satin_P	pei_satin_S	pei_UD_P	pps_satin_P	APC2_UD_C	M77_H_UD
$14{,}77 \times 10^{-7}$	$7{,}45 \times 10^{-7}$	$81{,}33 \times 10^{-7}$	$27{,}12 \times 10^{-7}$	$20{,}02 \times 10^{-7}$	$9{,}89 \times 10^{-7}$	$3{,}73 \times 10^{-7}$	3.94×10^{-7}

Tableau III.2. Coefficients de diffusion des matériaux étudiés (en mm^2/s).

III.2 Comportement mécanique en traction quasi-statique

III.2.1 Description des moyens expérimentaux

La géométrie retenue pour le moulage des éprouvettes de caractérisation est la cuvette dont la complexité des formes devait permettre d'évaluer simultanément l'aptitude des différentes matières au procédé mis en jeu. Cependant, deux des matières moulées l'ont été directement sous forme de plaques (et non de cuvettes) afin d'avoir des valeurs « sentinelles » affranchies des effets de la forme cuvette et directement comparables à celles de la littérature. Ce sont l'APC2_C_UD et la M77_H_UD, qui nous permettront de positionner en termes de performances mécaniques le niveau du procédé Carbone Forgé par rapport aux valeurs rencontrées dans la littérature.

Les éprouvettes de traction se présentent sous la forme illustrée à la figure III.2. Elles mesurent 250mm de long au total, talons composites en verre/époxy compris. Ces derniers sont collés aux extrémités de façon à avoir une longueur utile d'au moins 110 mm. Cet essai est mis en œuvre pour la mesure des propriétés élastiques en traction longitudinale/chaine, en traction transverse/trame et en cisaillement plan. Pour ces trois essais, le principe de mesure est le même et seule varie l'orientation des fibres dans l'éprouvette, orientations données au tableau III.1 et illustrées à la figure III.2. Une fois préparées, les éprouvettes sont ensuite amarrées sur une machine de type INSTRON munie de mors auto-serrants et un déplacement de 2mm/min est imposé à la traverse. Une cellule de charge permet l'enregistrement de la charge (F) dans la direction de sollicitation de l'éprouvette. Un capteur (extensomètre) longitudinal permet de mesurer l'allongement (Δl_1) dans la direction de sollicitation. L'allongement (Δl_2) dans la direction transverse à la sollicitation est mesurée soit à l'aide d'un capteur transverse pour des déformations suffisamment grandes, soit par des jauges de contraintes lorsque les déformations sont très faibles ou lorsqu'on souhaite une grande précision de mesure. L'acquisition de ces 3 paramètres sur chaque type d'éprouvette permet de remonter aux valeurs des propriétés recherchées :

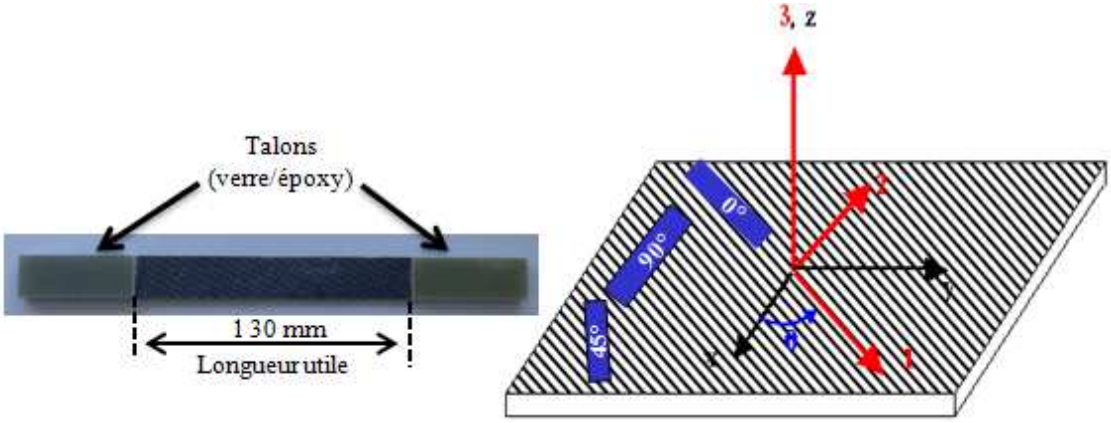


Figure III. 2. Allure des éprouvettes de traction longitudinale/chaine (0°), transverse/trame (90°) et de cisaillement plan (45°). θ est l'angle entre l'axe x de sollicitation de l'éprouvette et celle des fibres (axe1).

Dans le cas des tractions longitudinale/chaine et transverse/trame, les déformations sont suffisamment faibles (< 5%) pour que l'hypothèse des petites perturbations soit admise. Ceci implique que la contrainte (σ_{11}) et les déformations longitudinale (ε_{11}) et transverse (ε_{22}) sont assimilables à leurs valeurs nominales données par les expressions III-5, III-6 et III-7, où S_0 représente la section transversale initiale, L_1 la base de mesure du capteur longitudinal et L_2 celle du capteur transverse.

$$\sigma_{11} = \frac{F}{S_0} \quad \text{(III-5)} \qquad \varepsilon_{11} = \frac{\Delta l_1}{L_1} \quad \text{(III-6)} \qquad \varepsilon_{22} = \frac{\Delta l_2}{L_2} \quad \text{(III-7)}$$

Un essai de traction longitudinal (sur éprouvette 0°) permet grâce à ces mesures de déterminer le module élastique Longitudinal E_1 donné par la pente du graphe $\sigma_{11} = f(\varepsilon_{11})$, la résistance mécanique en traction longitudinale Xt, la déformation longitudinale à rupture ε_{11R} et le coefficient de Poisson ν_{12} donné par le rapport de la déformation transverse par la déformation longitudinale. De même, un essai de traction sur éprouvette à 90° permettra de déterminer le module E_2, la résistance mécanique Yt, la déformation à rupture ε_{22R} et le coefficient de Poisson ν_{21} en traction transverse.

Dans le cas de l'essai de cisaillement plan, on montre ([Renard *et al*, 2005], [Berthelot, 2005]) par changement de repère que la contrainte de cisaillement σ_{12} et le cisaillement plan ε_{12} sont liés à la contrainte longitudinale et aux déformations longitudinale et transverse de l'éprouvette à 45° par les relations III-8 et III-9:

$$\sigma_{12} = \frac{\sigma_{11}}{2} \; ; \quad \text{(III-8)} \qquad \varepsilon_{12} = \varepsilon_{11} - \varepsilon_{22} \; ; \quad \text{(III-9)}$$

Cependant lorsqu'on sort du domaine des petites déformations comme c'est très souvent le cas en cisaillement plan, la contrainte longitudinale et la déformation longitudinale de l'éprouvette de cisaillement ne sont plus définies par les équations III-5 et III-6. On fait intervenir les notions de contrainte vraie qui prend en compte la striction qui intervient en cours d'essai et de déformation vraie qui elle prend en compte toutes les déformations infinitésimales intervenant au cours du chargement.

En effet, si à un instant t, l'éprouvette de longueur *L* subit un allongement infinitésimal *dL*, alors la déformation totale vraie (ε_{11V}) depuis le début du chargement jusqu'à cet instant t est tout simplement la somme continue des déformations infinitésimales et est donnée par l'expression III-10, où L_1 est la longueur initiale de l'éprouvette, ΔL l'allongement total depuis le début du chargement jusqu'à l'instant t et *e* la déformation nominale à l'instant t donnée par une expression similaire à l'équation III-6.

$$\varepsilon_{11V} = \int_{L_1}^{L} \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_1} = \ln\left(\frac{L_1 + \Delta L}{L_1}\right) = \ln(1+e) \qquad \text{avec} \qquad e = \frac{\Delta L}{L_1} \quad \text{(III-10)}$$

Par ailleurs, si S(t) représente la surface réelle à l'instant t, alors on la contrainte vraie par :

$$\sigma_{11V}(t) = \frac{F}{S(t)} \quad \text{(III-11)}$$

Si on admet l'hypothèse de la conservation du volume lors de la déformation plastique comme chez les métaux et qui se traduit par l'égalité $S_0L_1 = S(t)L = S(t)*(L_1-\Delta L)$, alors l'expression (III-11) devient (III-12), où σ_n représente la contrainte nominale donnée par l'expression III-5.

$$\sigma_{11V} = \frac{F}{S(t)} = \frac{F}{S_0}(1-e) = \sigma_n(1-e) \qquad \text{et} \qquad \sigma_{12V} = \frac{\sigma_{11V}}{2} \quad \text{(III-12)}$$

L'essai de cisaillement permet de déterminer le module de cisaillement G_{12} donné par la pente du graphe $\sigma_{12} = f(\varepsilon_{12})$. Il permet également de déterminer la résistance mécaniques au cisaillement plan S_{12}

qui en toute rigueur devait être calculée par l'équation III-12. Cependant, l'expression (III-8) étant celle généralement utilisée par les industriels et dans la littérature même dans le cas des grandes déformations, nous l'utiliserons aussi dans la suite afin d'avoir des valeurs comparables. Pour plus de détails sur toutes ces méthodes et procédures de mesure des propriétés mécaniques des composites à fibres longues, se référer à [Renard, 2005] et [Berthelot, 2005] où elles sont décrites beaucoup plus en profondeur.

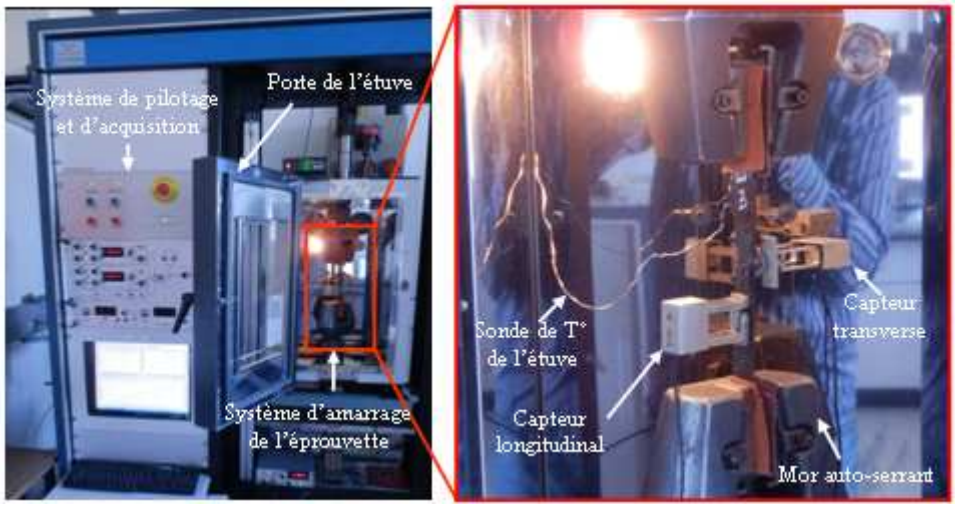


Figure III. 3. Dispositif expérimental de l'essai de traction

Avant de passer à la présentation des résultats, il faudrait préciser que pour les essais en température, la machine est équipée d'une étuve munie d'une sonde qui placée au voisinage de l'éprouvette, permet de réguler la température d'essai en se calant sur celle mesurée à la surface de l'échantillon. Une fois que la température souhaitée est atteinte, un temps supplémentaire de trois à quatre minutes est laissé avant le lancement de l'essai afin homogénéiser la température au sein de l'éprouvette.

III.2.2 Résultats et analyses

III.2.2.1 Cas de la traction longitudinale/chaine

III.2.2.1.1 Comportement à l'état sain/neuf

Des exemples de courbes expérimentales d'essais de traction longitudinale sont représentés à la figure III.4. Comme on pouvait s'y attendre, on a un comportement de type élastique fragile pour tous les matériaux, en accord avec le fait que le comportement dans cette direction est gouverné par les fibres de carbone. Les valeurs numériques des différentes propriétés mesurées dans les trois conditions d'essais sont résumées sur les figures III.5 et III.6. La première observation qu'on peut effectuer concerne les deux matériaux 'sentinelles' APC2_C_UD et M77_H_UD moulés en plaques et non en cuvettes. Ils montrent des propriétés (modules, résistances, déformations à rupture et coefficients de Poisson) conformes aux attentes puisque l'application des lois de mélanges [Berthelot, 2005] en utilisant leurs taux de fibres respectifs et les propriétés connues de leurs constituants conduit à des résultats quasiment similaires. Avec

des modules et résistances mécaniques atteignant les 140 GPa et 2000 MPa, on peut dire que le procédé Carbone Forgé est tout à fait apte au moulage des composites à hautes performances mécaniques avec des propriétés de niveau au moins équivalent à celles rencontrées dans la littérature.

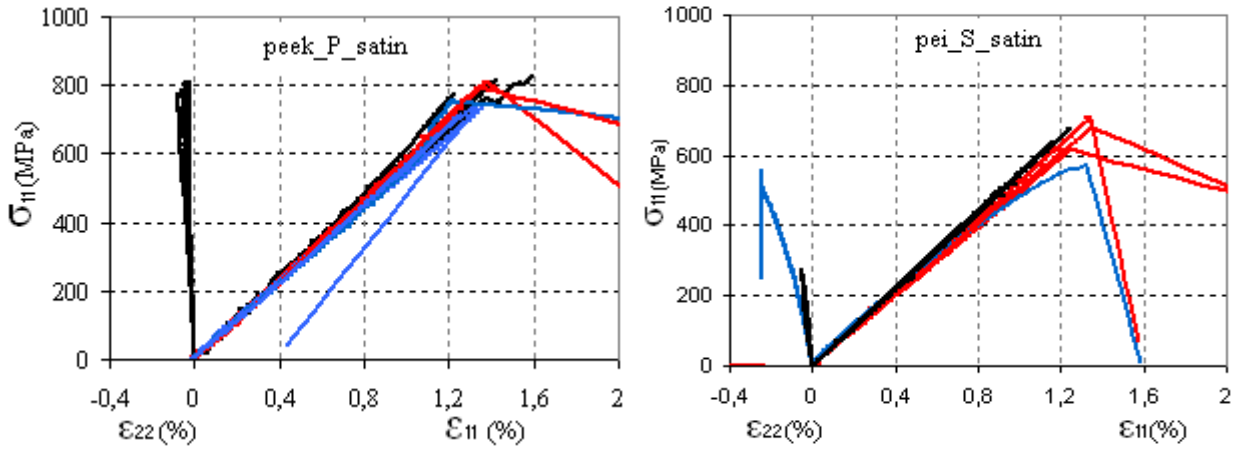


Figure III. 4. Courbes de traction longitudinale des matériaux peek_P_satin (à gauche) et pei_S_satin (à droite) : En noir, essais à 25°C à l'état sain ; en rouge, essai à 25°C à l'état vieilli ; en bleu, essai en température à l'état vieilli.

Dans le cas des matériaux à armures tissées moulés en forme de cuvettes, les valeurs obtenues nous montrent des niveaux de propriétés plutôt très honorables, avec modules et résistances mécaniques oscillant respectivement entre 51GPa et 61GPa et entre 630MPa et 850MPa. Ces valeurs, y compris celles des déformations à rupture (1,2% en moyenne) et les coefficients de Poisson (0,06 en moyenne) sont toutes dans les gammes rencontrées dans la littérature sur des matériaux similaires avec des taux de fibres à peu près identiques [Aucher, 2009], [Basssery, 2011]. Cependant, force est de constater que les stratifiés de fabrication 'S'ont des propriétés nettement plus basses que leurs homologues de fabrication 'P'. Cela confirme l'importance du paramètre 'fournisseur' puisque pour des matériaux identiques mais de fournitures différentes, on a des propriétés très différentes, avec un écart d'au moins 4GPa sur les modules et 150MPa sur les contraintes à rupture. La première explication logique à cela est la différence des taux de fibres entre les deux types de fabrications. En effet, les taux de fibres sont bien plus bas dans les stratifiés issus du fournisseur 'S'avec un écart allant jusqu'à 7% entre les matériaux pei_P_satin et le pei_S_satin. Ainsi, si on ramenait toutes les matières à un taux de fibres identique, la différence serait moins accentuée. Une autre explication possible à cette baisse de propriétés des matériaux du fabricant 'S' est la nature des fibres utilisées par ce dernier. Ces fibres étant craquées, il est possible que les mèches qu'elles constituent s'allongent plus que nécessaires dans la zone plane des cuvettes. Il en résulte alors un défaut de tension de ces dernières et un désalignement des fibres du fait qu'elles sont entrainées par l'écoulement de la matrice. D'où des propriétés plus faibles pour ces matériaux qui finalement seraient plus adaptées aux formes très complexes impliquant des déformations importantes (comme les coins de cuvettes/malles) qu'aux formes planes et simples. Nous y reviendrons dans les prochains chapitres. Enfin, comparées aux propriétés mécaniques des unidirectionnels, on peut voir que celles des tissus sont un peu plus de moitié inférieures. Cela est tout à fait logique car les ondulations des fils dans les tissus génèrent de l'embuvage et des concentrations locales de contraintes au niveau des chevauchements qui expliquent la chute des modules et des résistances des tissus par rapport aux UD.

Enfin, concernant le seul matériau quasi-unidirectionnel (QUD) testé à savoir le pei_P_QUD, on constate qu'il a des propriétés comparables à celles des UD purs. Cependant son module longitudinal est légèrement en deçà de ceux obtenus pour les UD moulés en plaques. Cela est dû au léger embuvage induit par les fins fils de verres contenu dans le sens transverse. En effet, à l'aide d'un modèle simple détaillé dans l'annexe, on démontre que même un très léger embuvage peut faire perdre jusqu'à 20 GPa de raideur en traction, preuve que ces fils transverses même s'ils sont très fins et en très faible proportion ont une réelle influence sur le comportement mécanique de ces matériaux.

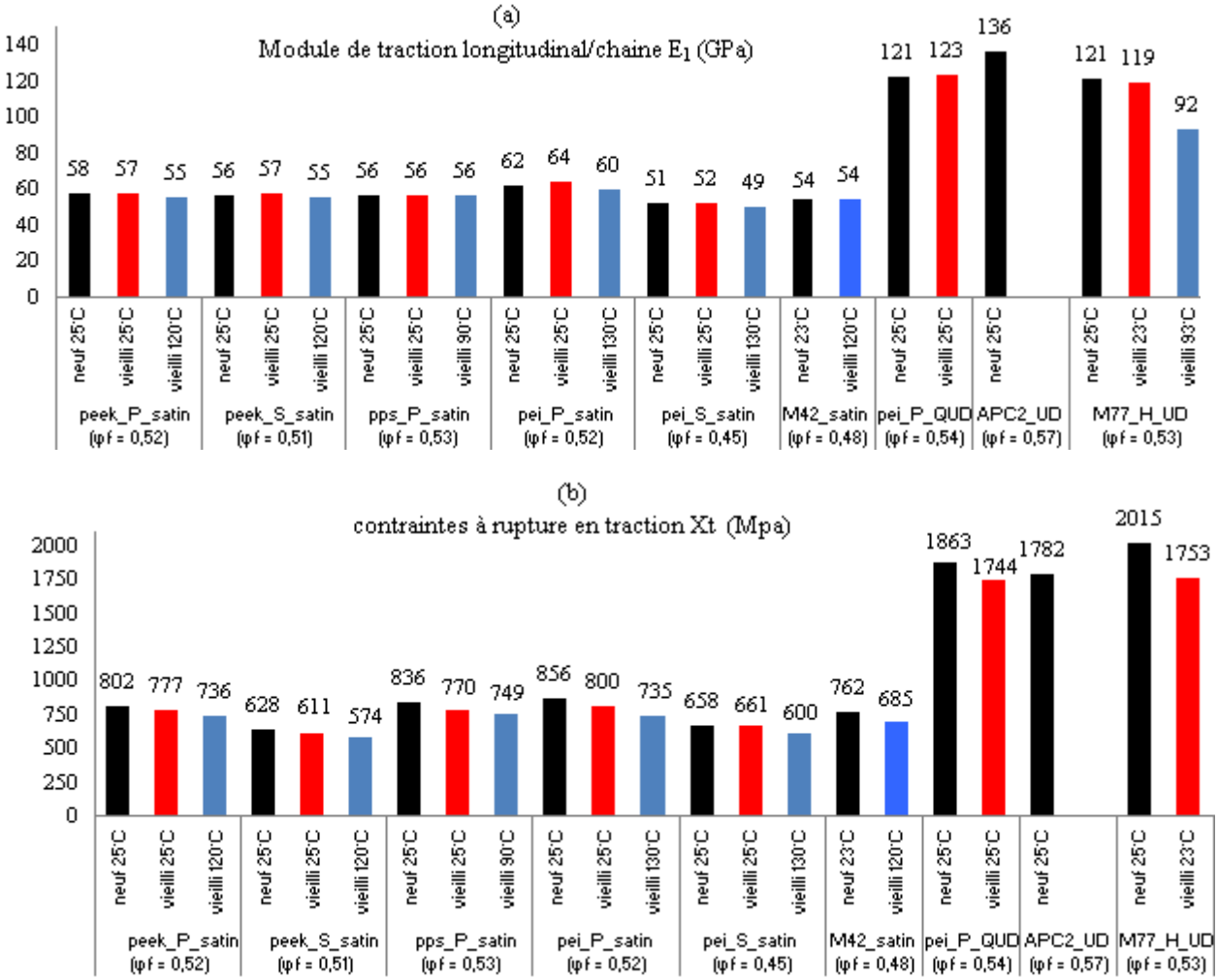


Figure III. 5. Module (a) et résistance (b) en traction longitudinale des stratifiés sollicités l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 5% sur les modules et 10% sur les résistances.

De façon générale, les propriétés mécaniques de tous les matériaux à l'état sain sont très satisfaisants et de niveau comparable (et même meilleur dans certains cas) à ceux disponibles dans la littérature. De plus il faut rappeler que ces propriétés mesurées sont quasiment des propriétés effectives car évaluées sur des éprouvettes prélevées dans une véritable structure (la cuvette) avec tous les impacts de la géométrie et du procédé que cela implique.

III.2.2.1.2 Influence des conditions sévères

Les fibres de carbone étant insensibles à l'humidité et aux températures inférieures à 600°C, on est en droit de s'attendre à une influence plutôt mineure voire négligeable des conditions sévères sur le comportement en traction longitudinale. Cela est vrai pour le module de traction de tous les matériaux pour les quelles on observe aucune influence notable de l'humidité et de la température, à l'exception du carbone/époxy M77_H_UD dont le module chute de 25% du fait de la température (93°C) et dont on a remarqué que la matrice n'avait presque plus de consistance à 93°C pourtant assez loin de sa Tg (121°C). Concernant les autres propriétés longitudinales, on note que l'humidité seule conduit à des baisses de résistances mécaniques atteignant 6 à 7% (pps_P_satin et pei_P_QUD) et 13% pour la M77_H_UD, et que les conditions couplées vieillissement-température conduisent à des chutes de l'ordre de 10% pour tous les matériaux excepté le pei_P_satin dont l'abattement atteint les 15%. On note également une baisse générale des déformations à rupture qui confirme le fait que la rupture intervient prématurément dans les matériaux soumis aux conditions sévères. Ces différences d'impact des conditions sévères sur les modules et les résistances longitudinales peuvent paraitre surprenantes mais peuvent très bien s'expliquer.

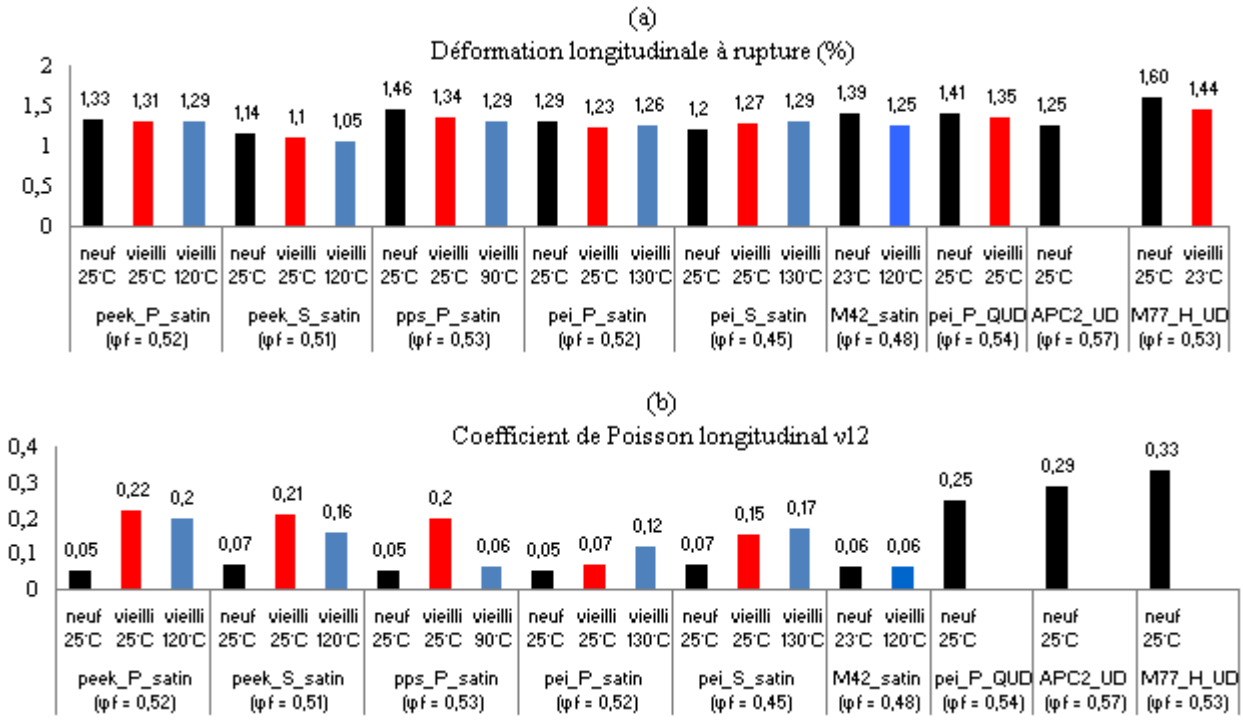


Figure III. 6. Déformations à rupture et coefficients de poissons en traction longitudinale/chaine des stratifiés sollicités l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 10%.

En effet, si l'humidité et la température n'ont aucun effet sur les fibres de carbone, elles ont par contre des influences très importantes sur la matrice et les interfaces fibre/matrice. Le vieillissement hygrothermique a pour effet de plastifier les matrices thermoplastiques, les rendant plus ductiles. Par ailleurs, plusieurs auteurs ont montré que l'humidité absorbée contribuait beaucoup à l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice [Mercier *et al*, 2008] pourtant, de la qualité de celle-ci dépend la qualité du

transfert de charge entre une fibre rompue et ses voisines : en effet, la rupture d'une fibre s'accompagne le plus souvent d'un déchaussement ou d'une décohésion à l'interface fibre/matrice sur une certaine longueur à partir du point de rupture [Blassiau *et al*, 2007]. Si l'interface est de bonne qualité, la distance de déchaussement est très faible et la fibre rompue peut transférer sa charge de façon progressive et bien répartie aux fibres voisines via la matrice qui se déforme fortement. Il se produira alors une succession de rupture de fibres quasiment dans le même plan que celui de la première fibre rompue, et ces dernières présenteront un faciès de rupture avec de la matrice bien accrochée sur elles. On parle alors de rupture cohésive. Dans le cas d'une interface défectueuse, le déchaussement post rupture est plus important et le transfert de charge se fait de façon brutale uniquement aux fibres voisines les plus proches et sans grande déformation de la matrice. Cela déclenche une suite de ruptures en cascade, pas toujours dans le plan de la première rupture, conduisant finalement à une ruine macroscopique prématurée de l'échantillon [Berthelot, 2005]. La rupture dans ce cas est dite adhésive et se caractérise par des fibres rompues lisses et dénuées de matrice sur une distance importante. Ainsi, l'humidité en affectant à la matrice et les interfaces ne modifie pas le module élastique des matériaux mais provoque leur rupture prématurée par passage d'une rupture cohésive à une rupture adhésive suite à la dégradation de la qualité des interfaces.

III.2.2.2 Comportement en traction transverse/trame

III.2.2.2.1 Comportement à l'état sain

Les matériaux à armure satin ayant leurs deux directions principales du plan équivalentes (puisqu'ils sont équilibrés), leur comportement en traction transverse est identique à celui en traction longitudinale décrit précédemment. Ainsi, cette partie ne concernera que les échantillons à armures UD et quasi-UD.

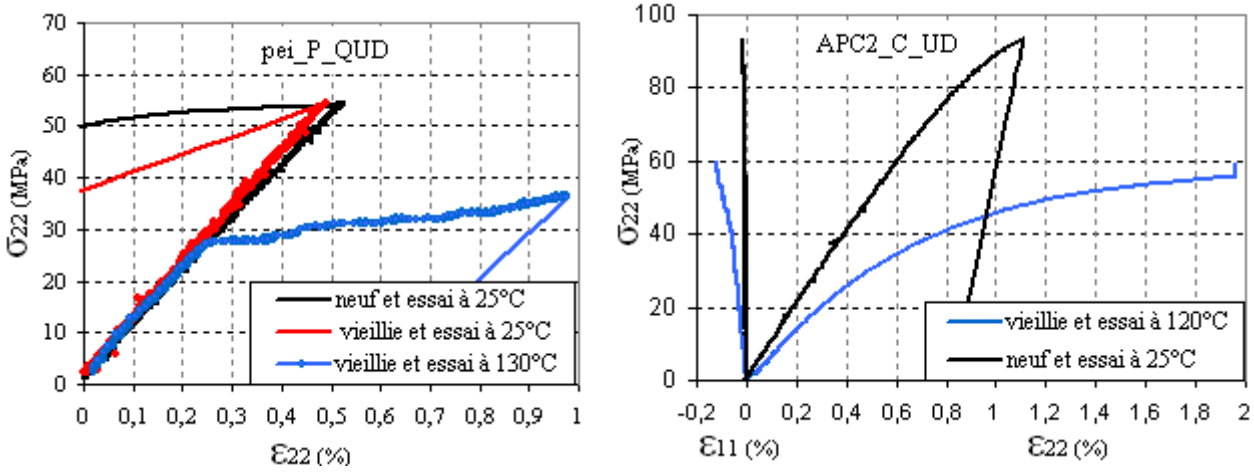


Figure III. 7. Courbes de traction transverse des matériaux pei_P_QUD (à gauche) et APC2_C_UD (à droite)

La figure III.7 représente les courbes de traction d'un quasi-UD et d'un UD et les valeurs numériques des propriétés déduites sont résumées sur les histogrammes de la figure III.3. On constate qu'à l'état sain et à température ambiante, les quasi-UD ont un comportement purement élastique fragile tandis que les UD eux présentent un peu de plasticité avant la rupture. Cette différence est tout à fait compréhensible

dans la mesure où au sein du pei_P_QUD, nous avons 5 à 10% de fibres de verres dans la direction transverse qui accentue la rigidité de la matrice PEI alors que dans le cas des UD, c'est la matrice seule qui contrôle le comportement dans cette direction. Concernant les valeurs des propriétés déduites de ces essais, elles montrent que les modules de traction transverse oscillent entre 8 et 10 GPa et sont dans la gamme des valeurs usuelles rencontrées pour les UDs avec des taux de fibres similaires [Verdeau, 1988], [Berthelot, 2005]. Quant aux résistances en traction transverse, les valeurs sont aussi cohérentes aux valeurs usuelles. On remarque tout de même que le matériau APC2_C_UD est très nettement meilleur que les deux autres. Cela tient aussi du fait que le polymère APC2 (PEEK) a à la base une résistance mécanique propre nettement supérieure au PEI et aux époxy (cf. tableau I.2).

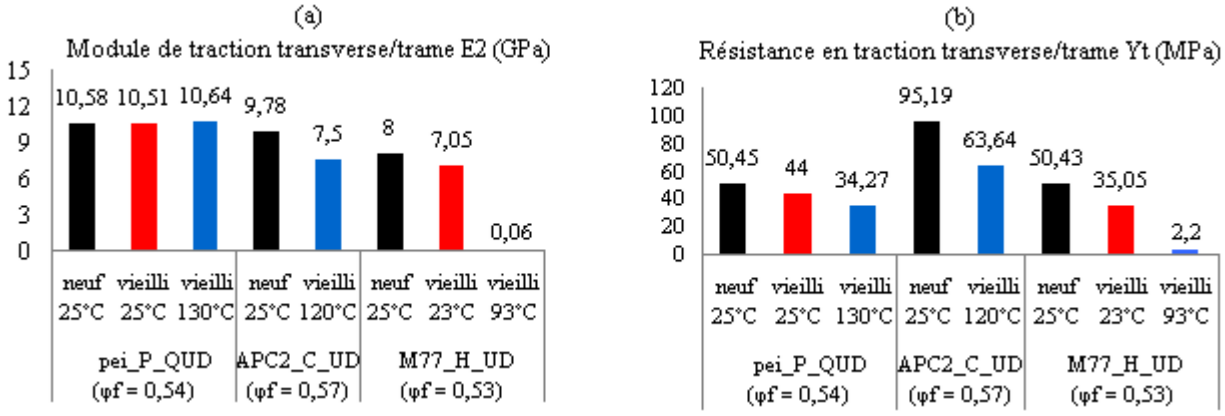


Figure III. 8. Modules (a) et résistances (b) en traction transverse/trame des matériaux UD et QUD sollicités l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 10%.

III.2.2.2.2 Influence des conditions sévères

Le comportement dans la direction transverse de ces matériaux étant gouverné essentiellement par la matrice, on s'attend logiquement à des modifications significatives de leurs propriétés puisque les polymères sont très sensibles à l'humidité et à la température. Lorsqu'on observe à nouveau la figure III.7, on constate que l'humidité seule n'a aucune influence ni sur le module, ni sur le mode de rupture du pei_P_QUD. Cependant sous les conditions couplées vieillissement et température, on constate deux phases de comportement assez contrastées: une première phase où le matériau conserve son module élastique sans doute grâce à la présence des fibres de verre dans cette direction. Ensuite on a une rupture brutale de pente avec un comportement qui reste quasiment élastique mais mois fragile. Cela peut s'expliquer par le fait que une fois les fibres de verre rompues, elles transfèrent leur charge à la matrice qui, rendue plus ductile par la chaleur s'étire beaucoup plus avant de rompre. D'où cette augmentation de la déformation à rupture par rapport aux états sains et vieillis sollicités à température ambiante (25°C).

Dans le cas des matériaux UD, l'effet des conditions sévères se fait sentir tout de suite dès le début de la courbe avec un comportement inélastique qui se manifeste très tôt. Cela est tout à fait logique puisque c'est essentiellement du polymère qui est sollicité dès le début dans leur cas. Si on s'intéresse aux valeurs numériques résumées sur les histogrammes de la figure III.8, on constate que le pei_P_QUD garde un module constant même en température tandis que l'APC2 lui subit un abattement de 20% à peu près. Le

carbone/époxy M77_H_UD quant à lui voit son module subir un abattement de près de 12% du fait de la seule humidité et de 100% de son module à 93°C, confirmant le fait que sa matrice n'a plus de consistance à cette température. Pour ce qui est des résistances mécaniques, les deux premiers matériaux subissent des abattements identiques d'à peu près 30% dans les conditions couplées vieillissement-température. La M77_H_UD pour sa part perd à peu près 30% de sa résistance du seul fait de l'humidité et la totalité à 93°C. L'ampleur de ces abattements s'explique plus facilement pour les stratifiés M77_H_UD et l'APC2_P_UD que pour le pei_UD_P car pour les 2 premiers, les températures de sollicitation (93°C et 120°C) sont assez proches des Tg (121°C et 140°C) de leurs matrices, contrairement au pei_UD_P qui est sollicité à 130°C, soit environ 70°C de moins que sa Tg. Cela montre que le PEI est finalement plus sensible à la température que ses homologues PEEK et PPS, et qu'une Tg élevée ne rime pas automatiquement avec bonne tenue mécanique à haute température.

III.2.2.3 Comportement en cisaillement plan (traction 45°)

III.2.2.3.1 Comportement à l'état sain

La figure III.9 illustre l'exemple des courbes de cisaillement plan obtenues sur le peek_P_satin testé dans les trois conditions d'essais. Sur la figure de gauche où on compare les contraintes et déformations vraies aux valeurs nominales couramment utilisées, on se rend compte qu'en ne tenant pas compte de ces notions de contraintes et déformations vraies, on sous-estime d'environ 50MPa la contrainte réelle à rupture et on surestime de 2% à peu près la déformation correspondante. Cependant, en dessous de 5% de déformation, on a une correspondance parfaite entre les valeurs nominales et les valeurs vraies. Assimiler les valeurs vraies aux valeurs nominales n'aura finalement de sens que dans le domaine élastique et pour des faibles déformations (<5%), ce qui est satisfaisant pour les ingénieurs car l'immense majorité des calculs et dimensionnements aujourd'hui sont réalisés selon ces hypothèses.

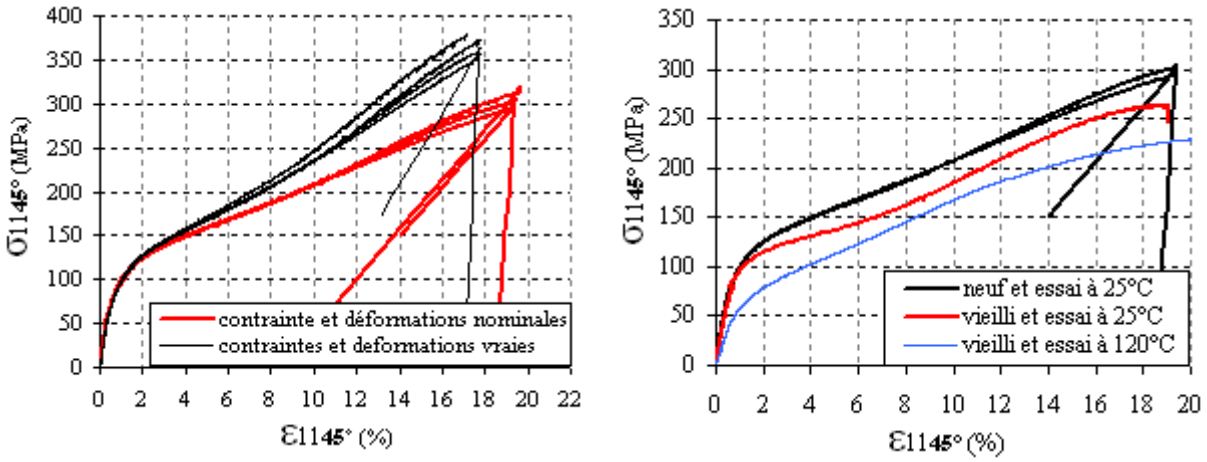


Figure III. 9. Courbes de traction 45° du stratifié peek_P_satin : à gauche, comparaison entre les valeurs vraies et les valeurs nominales des contraintes et déformations ; à droite, influence des conditions sévères.

A l'état sain et à 25°C, les courbes montrent un comportement non linéaire qui est tout à fait en accord avec le fait que dans ce mode de sollicitation, la matrice est fortement mise à contribution. Les

valeurs numériques déduites des essais (en considérant les valeurs nominales) sont résumées sur les histogrammes de la figure III.10. En termes de module et de résistance en cisaillement, on est tout à fait dans la gamme des valeurs habituelles aussi bien pour les satins que pour les UD [Verdeau, 1988], [Aucher, 2009], [Bassery, 2011]. Avec plus de 150 MPa de résistance, le matériau peek _P_satin apparait comme le meilleur. Quant au stratifié M77_H_UD à matrice époxy, il présente un module en cisaillement un peu bas pour un UD mais cohérent à son taux de fibres assez faible (53%).

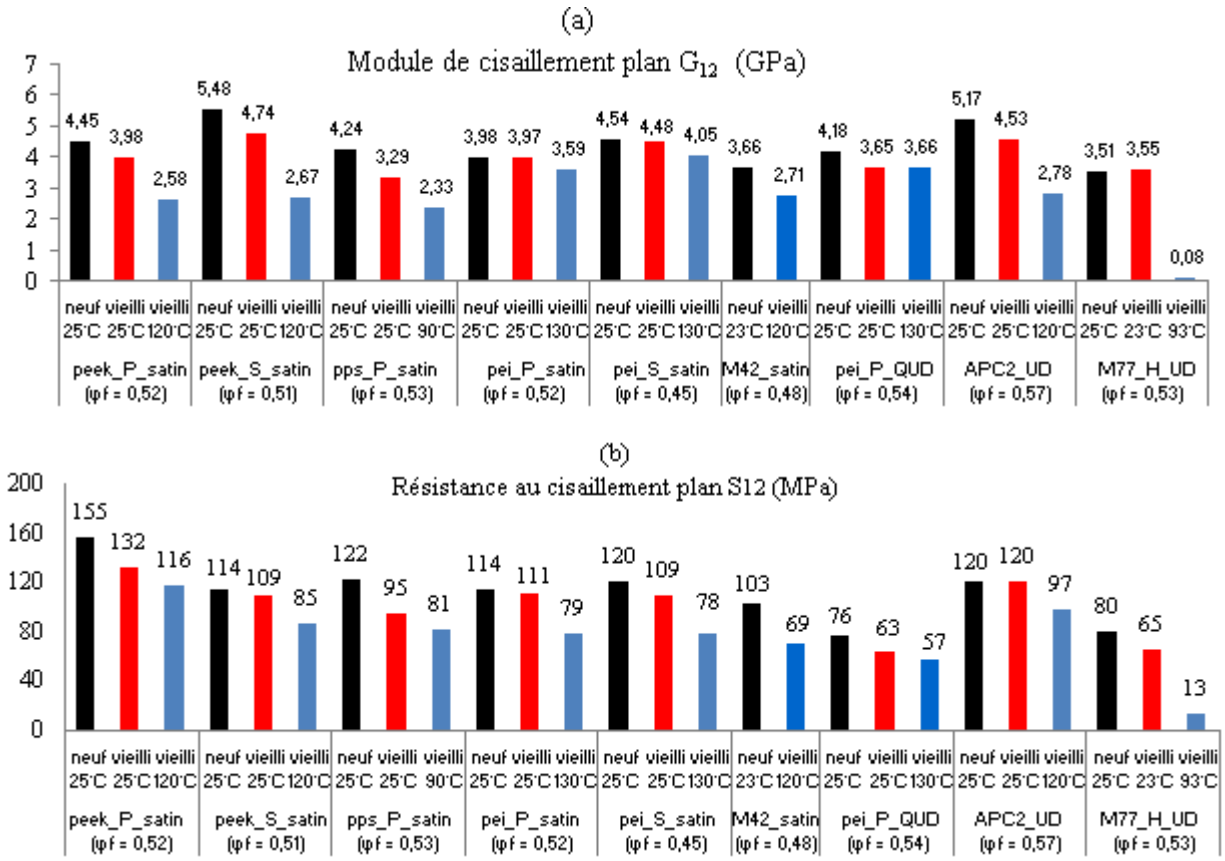


Figure III. 10. Modules (a) et résistances (b) en cisaillement plan des stratifiés sollicités à l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion de 5%.

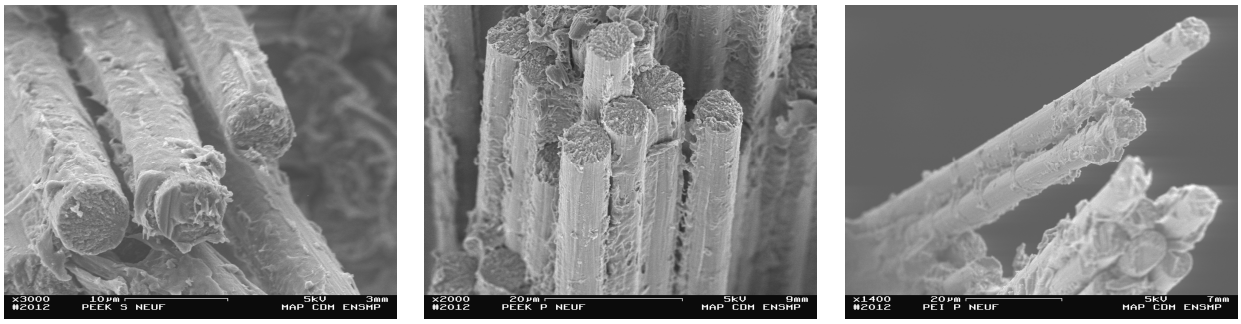
III.2.2.3.2 Influence des conditions sévères

Comme dans le cas de la traction transverse, le comportement en cisaillement met fortement la matrice à contribution et par conséquent, on s'attend là aussi à une influence significative des conditions sévères. Si on analyse les histogrammes de la figure III.10, on constate que le vieillissement hygrothermique seul est sans effet sur les modules des stratifiés pei_P_satin, pei_S_satin et M77_H_UD. Cependant, on note des abattements de l'ordre 12% sur les modules des stratifiés peek_P_satin, APC2_C_UD et pei_P_QUD, et jusqu'à 20% sur le module du pps_P_satin qui parait de loin le plus affecté par l'humidité. Cette chute de module due à l'humidité seule s'expliquerait par l'effet plastifiant du vieillissement hygrothermique sur certains polymères et particulièrement sur les thermoplastiques. Ces observations confirment également la vulnérabilité particulière à l'humidité des stratifiés à matrice PPS

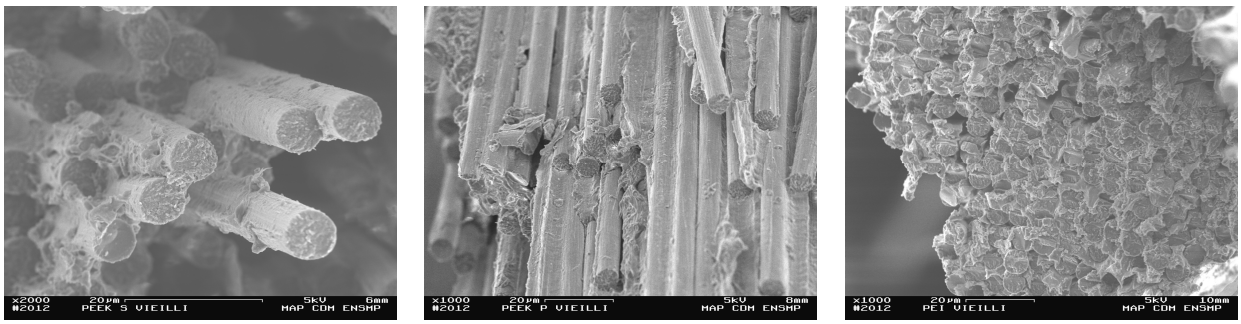
qui avait déjà été soulignée par plusieurs auteurs [Aucher, 2009], [Bassery, 2011]. Lorsqu'on couple vieillissement hygrothermique et température, on aboutit sans surprise à des abattements de modules beaucoup plus dramatiques, de l'ordre de 40% à 50% pour les stratifiés à matrices PEEK et PPS, presque 100% pour la M77_H_UD dont la matrice perd toute consistance à 93°C, 25% pour le carbone/époxy M42_H_satin et seulement 12% pour les matériaux à matrice PEI. Il faut préciser de les stratifiés à matrice PEEK et PPS sont sollicitées quasiment à leur température de transition vitreuse, d'où une chute de module plus importante que celle des stratifiés à matrice PEI et epoxy qui eux sont sollicités assez loin de leur Tg mais qui s'effondrent quand même respectivement de 12% et 25% (M42) voire 100% (M77).

En ce qui concerne les résistances en cisaillement plan, les observations sont un peu différentes par rapport aux précédentes. Contrairement au cas des modules, les matériaux à matrice PEI et époxy M77 subissent des abattements de leurs résistances dus à l'humidité seule qui atteignent respectivement les 8% et 19%. Lorsqu'on couple vieillissement et température, on atteint des abattements de l'ordre de 35% et 80% pour ces derniers, et de 33% pour le carbone/époxy M42_H_satin. Cela est encore une fois très surprenant pour ces matériaux sollicités assez loin de leur Tg. On a là une confirmation de leur forte sensibilité à la température. Quant aux matériaux à matrices PEEK, l'humidité seule crée à peu près le même abattement que sur les modules, c'est à dire autour de 10%. Dans les conditions les plus sévères par contre, on a un abattement de la résistance de l'ordre de 25% seulement contre 50% dans le cas des modules. Enfin, avec près de 23% d'abattement de sa résistance dû à l'humidité seule, le stratifié à matrice PPS s'illustre une fois de plus comme de loin le plus vulnérable à l'humidité. Afin de vérifier les hypothèses formulées sur l'influence des conditions sévères, des observations de faciès de rupture des différents matériaux dans les trois conditions d'essais ont été réalisées au microscope électronique à balayage (MEB). Elles sont résumées aux figures III.11 et III.12.

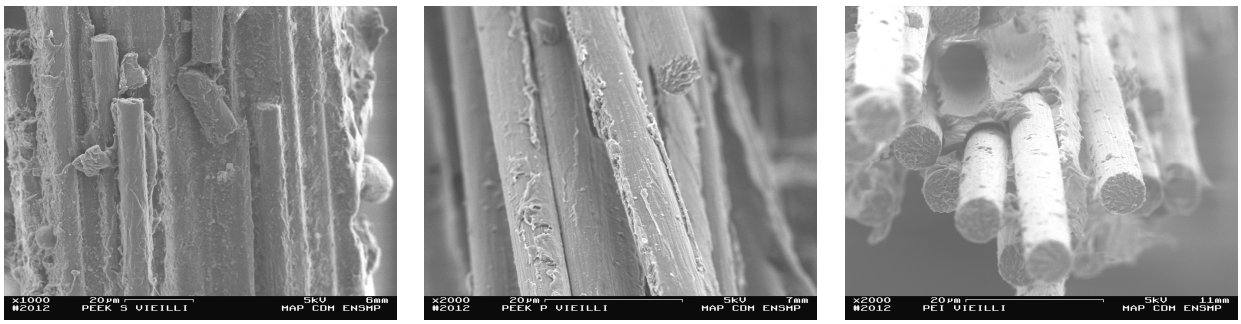
Lorsqu'on analyse les images de la figure III.11, les faciès de rupture des stratifiés peek_S_satin, peek_P_satin et pei_P_satin sollicités à l'état sain et 25°C nous montrent des fibres rompues avec de la matrice bien accrochée et fortement déformée. Ce sont là tous les signes d'une imprégnation réussie et d'un transfert de charge efficace entre fibres rompues et fibres intactes. Lorsque ces trois matériaux sont vieillis et sollicités à 25°C, on note très peu de changement pour le stratifié peek_S_satin qui présente toujours des fibres rompues très bien imprégnées de matrice, signe que l'humidité n'a eu que très peu d'effets sur les interfaces de ce matériau. Le stratifié peek_P_satin pour sa part présente un faciès un peu différent, avec des fibres rompues ayant un peu moins de matrice accrochée, preuve d'une légère dégradation de leur interface. Le stratifié pei_P_satin quant à lui nous montre un faciès composé de fibres qui cassent par bloc et quasiment dans le même plan, signe que l'interface reste très bonne. Cependant à y regarder de près, on se rend compte que l'humidité a tout de même un effet car on peut voir ça et là des fibres nues et déchaussées. Enfin, lorsque les matériaux sont sollicités à chaud après vieillissement, les 2 stratifiés satin à matrice PEEK montrent à peu près le même faciès, avec une matrice qui a l'air fondue et très déformée, et qui reste bien accrochée aux fibres. Cet aspect est dû au fait que l'essai se déroule à une température très proche de leur Tg, ce qui rend la matrice très ductile et donc très déformable. Pour le troisième stratifié pei_P_satin, l'aspect fondu de la matrice est moins prononcé. Cela est logique puisqu'on le sollicite assez loin de sa Tg. Par contre, on retrouve ces ruptures de fils par bloc et dans le même plan, qui traduisent une interface de bonne qualité.



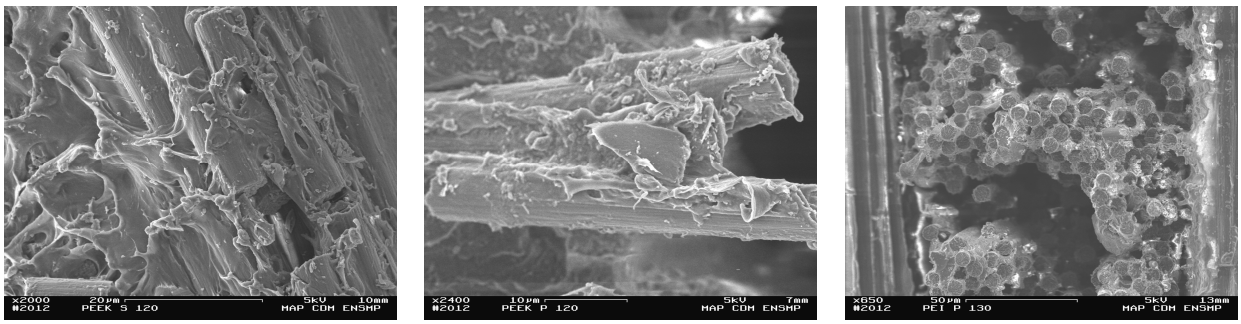
(a) essais à température ambiante (25°C) et à l'état sain



(b) essais à température ambiante (25°C) après vieillissement hygrothermique



(c) essais à température ambiante (25°C) après vieillissement hygrothermique



(d) essais en température (120°C pour PEEK, 130°C pour PEI) après vieillissement hygrothermique.

Figure III. 11. Images MEB des faciès de rupture des stratifiés peek_S_satin (à gauche), peek_P_satin (au centre) et pei_P_satin (à droite) sollicités dans les 3 conditions d'essais.

Si on s'intéresse maintenant aux images de la figure III.12 représentant les faciès de rupture du stratifié pps_P_satin, on constate que pour les éprouvettes vieillies et sollicitées à température ambiante, on a un faciès de rupture présentant beaucoup de fibres rompues isolées avec très peu de résine accrochée, et très peu de points de ruptures dans le même plan. Comme on l'a mentionné précédemment, cela traduit une rupture de type adhésive, d'où cette chute assez brutale due à l'humidité seule des propriétés mécaniques de ce matériau. Les observations de faciès de rupture sur des éprouvettes préalablement vieillies et sollicitées à 90°C montrent cet aspect pâteux de la matrice qui s'explique comme dans le cas des stratifiés à matrice PEEK par la proximité de la température d'essai avec la Tg de ce matériau. Cependant, en y regardant de plus près, on constate que malgré cette apparence pâteuse, très peu de matrice reste collée aux fibres rompues qui apparaissent presque nues, contrairement aux cas précédents des stratifiés à matrice PEEK.

(a): essai à 25°C à l'état vieilli (b): essai à 90°C à l'état vieilli (c): essai à 90°C à l'état vieilli

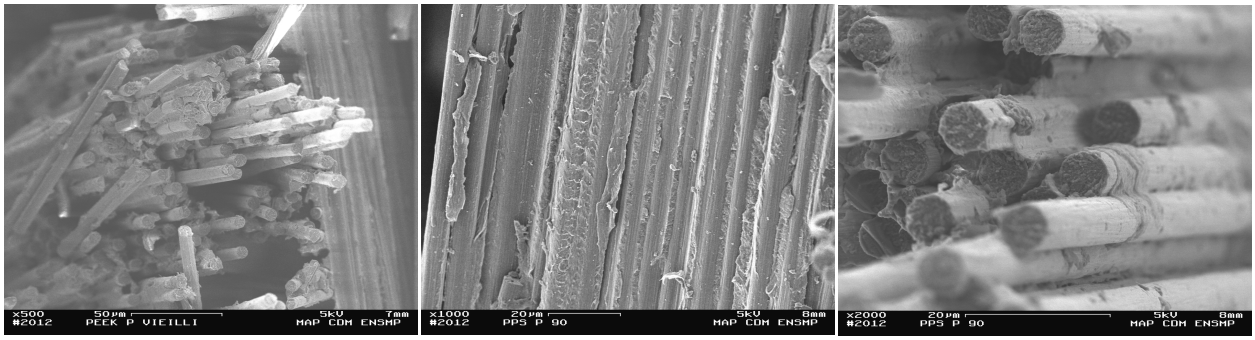


Figure III. 12. Images MEB des faciès de rupture du stratifiés pps_P_satin sollicité dans 2 conditions d'essais.

Ces dernières observations ont fini par nous convaincre quant à la très forte sensibilité à l'humidité des stratifiés à matrice PPS, ce d'autant plus que d'après les courbes d'absorption de la figure III.1, ce dernier est celui qui absorbe pourtant le moins d'humidité. Concernant les trois stratifiés de la figure III.11, on peut dire que l'humidité a finalement assez peu d'influence sur ces derniers (leur interface). La principale cause d'abattement de leurs propriétés en traction reste la température avec la plus forte sensibilité à la température pour les matériaux à matrice PEI et le carbone/époxy M42_H_satin. Enfin, les images et les résultats nous indiquent qu'en termes de qualité d'imprégnation des fibres et donc des interfaces, le matériau peek_S_satin du fournisseur 'S' serait le meilleur de tous.

III.3 Comportement mécanique en cisaillement interlaminaire (CIL)

III.3.1 Description des moyens d'essai

Cet essai a pour principal objectif la mesure de la résistance mécanique au cisaillement transverse (S_{13}) des interfaces entre les plis ou couches du stratifié. La norme choisie (EN 2563) préconise un essai quasi-statique de flexion trois points sur des éprouvettes dont les facteurs de forme favorisent le cisaillement transverse entre les plis, au détriment de la traction en dessous de la fibre neutre et de la

compression au dessus de la fibre neutre. On montre en résistance des matériaux que le cisaillement transverse est d'autant plus important que le rapport L/h est faible, où L est la distance entre appuis et h l'épaisseur du matériau. La norme préconise comme facteurs de formes L/h ~ 5 et b/h ~10, avec b la longueur de l'éprouvette. Avec de telles dimensions, La contrainte de cisaillement interlaminaire σ_{13} est donnée par l'équation III-13 [Renard *et al*, 2005], [Krawczak] :

$$\sigma_{13} = \frac{3 \cdot F}{4 \cdot b \cdot h} \qquad \text{(III-13)}$$

Le dispositif expérimental est schématisé à la figure III.13. Les points d'appuis sont des cylindres de 6mm de diamètre. Une cellule de charge mesure la force de pression *F* appliquée et un LVDT la flèche.

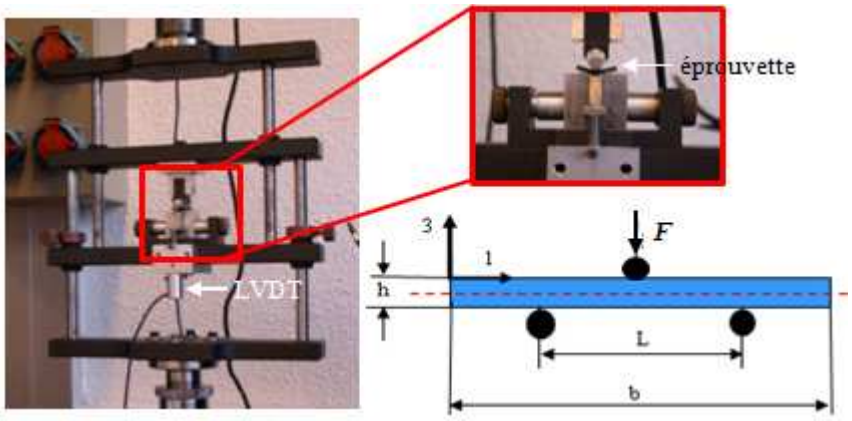


Figure III. 13. Système d'amarrage de l'essai de cisaillement interlaminaire.

Même si ce dispositif est fait à la base pour la mesure de la contrainte de cisaillement transverse, il est possible de l'utiliser pour approximer le module de cisaillement transverse G_{13}. En effet on montre que la force F mesurée et la flèche φ peuvent être liées aux modules élastiques par l'équation (III-14) [Renard *et al*, 2005] :

$$\varphi = (F.L^3)/(48.E.I_0) + (F.L)/(4.G.k.S_0) \qquad \text{(III-14)}$$

Dans cette équation, I_0 représente le moment d'inertie de la section, k un facteur de correction de la section transversale qui vaut 5/6, S_0 la section transversale initiale, L la longueur entre les points d'appui, et enfin E et G respectivement les modules de Young et de cisaillement. On peut encore réécrire l'équation (III-14) sous la forme (III-15) :

$$F = \varphi\{1/[L^3/(48.E.I_0)] + 1/[\ L/(4.G.k.S_0)]\} \qquad \text{(III-15)}$$

Mis sous cette forme, On constate que la courbe force - flèche (F= f(φ)) est une droite de pente le terme entre accolades. Ainsi, pour une éprouvette dont la longueur est dans la direction longitudinale/chaine, on a $E= E_1$ et $G = G_{13}$ et l'équation (III-15) devient (III-16):

$$F = \varphi\{1/[L^3/(48.E_1.I_0)] + 1/[\ L/(4.G_{13}.k.S_0)]\} \qquad \text{(III-16)}$$

Dans le cas d'une éprouvette transverse/trame, nous aurons $E = E_2$ et $G= G_{23}$, d'où l'équation

$$F = \varphi\{1/[L^3/(48.E_2.I_0)] + 1/[\ L/(4.G_{23}.k.S_0)]\} \qquad \text{(III-17)}$$

Finalement, sachant que $S_0 = h.b$ et $I_0 = b.h/12$ (III-18)
et en faisant l'hypothèse que le module de Young est égal au module en traction, on peut remonter aux modules G_{13} et G_{23} grâce à la mesure des pentes des courbes expérimentales force – flèche.

Dans le cas des essais en température, nous procédons de la même manière qu'en traction. Un thermocouple fixé sur l'échantillon permet de vérifier sa température et une fois la bonne température atteinte, un laps de temps de trois à quatre minutes est laissé avant le lancement de l'essai afin d'homogénéiser la température au sein de l'éprouvette.

III.3.2 Résultats et analyses

III.3.2.1 Comportement à l'état sain

Sur la figure III.14 représentant des exemples de courbes de cisaillement interlaminaire, on constate qu'à température ambiante, on a un début de comportement linéaire suivie d'une phase non linéaire et une rupture assez ductile avec un profil en escalier. Ce type de profil en escalier beaucoup plus marqué pour les UD est caractéristique du CIL et correspond à des ruptures successives des interfaces entre les plis.

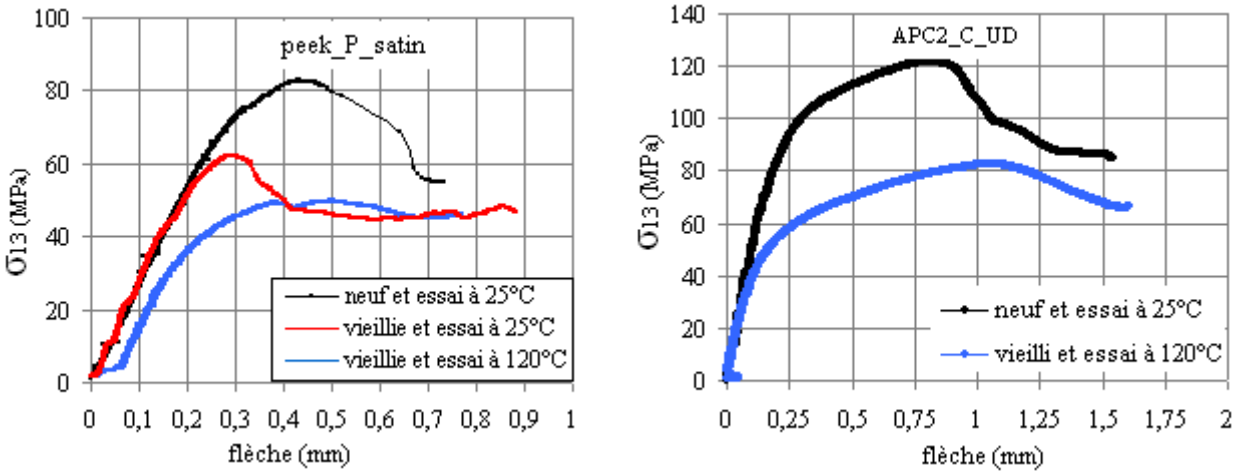


Figure III. 14. Courbes de cisaillement interlaminaire des stratifiés peek_P_satin (à gauche) et APC2_C_UD (à droite) sollicités dans les 3 conditions d'essais.

Si on s'intéresse aux valeurs numériques des propriétés mécaniques en CIL dont la synthèse est donnée à la figure III.15, on se rend compte que les modules de cisaillement mesurés sont en deçà des valeurs habituelles (environ 3GPa pour les satins et pas loin de G_{12} pour les UD) obtenues sur des matériaux de même type avec un taux volumique de fibres à peu près similaires. Cette 'sous estimation' peut être due à la forte sensibilité du module G_{13} à la distance entre appuis L : en effet, si on observe l'équation III-16, on note que G_{13} est une fonction cubique de L. Ainsi, la moindre erreur sur la valeur de L peut avoir un impact dramatique sur celle du module. Bassery [Bassery, 2011] dans ses travaux de thèse portant sur le composite carbone/PPS satin 5 a étudié l'influence de la distance entre appuis sur la mesure du module de cisaillement transverse. Il est arrivé à la conclusion qu'une mesure exacte du

module transverse par un essai de CIL requiert un respect scrupuleux des facteurs de formes, au risque de fausser complètement les résultats. Dans nos essais, la distance entre appuis (L) a été fixée à 10mm pour tous les échantillons, sur la base qu'ils feraient 2mm d'épaisseur (h) afin de respecter le facteur de forme L/h = 5. Or dans la réalité, les éprouvettes faisaient soit un peu moins ou soit un peu plus de 2mm et vu leur nombre élevé, il n'était pas possible d'ajuster la distance entre appuis pour chacune d'elles. Ainsi, les valeurs de modules mesurées ici sont à prendre avec du recul et ne peuvent être considérées comme des admissibles pour ces matériaux. En toute rigueur, il aurait fallu réaliser un essai de flexion conventionnel pour accéder à ce module. Cependant, les valeurs obtenues demeurent tout de même une bonne base de comparaison entre les différents matériaux.

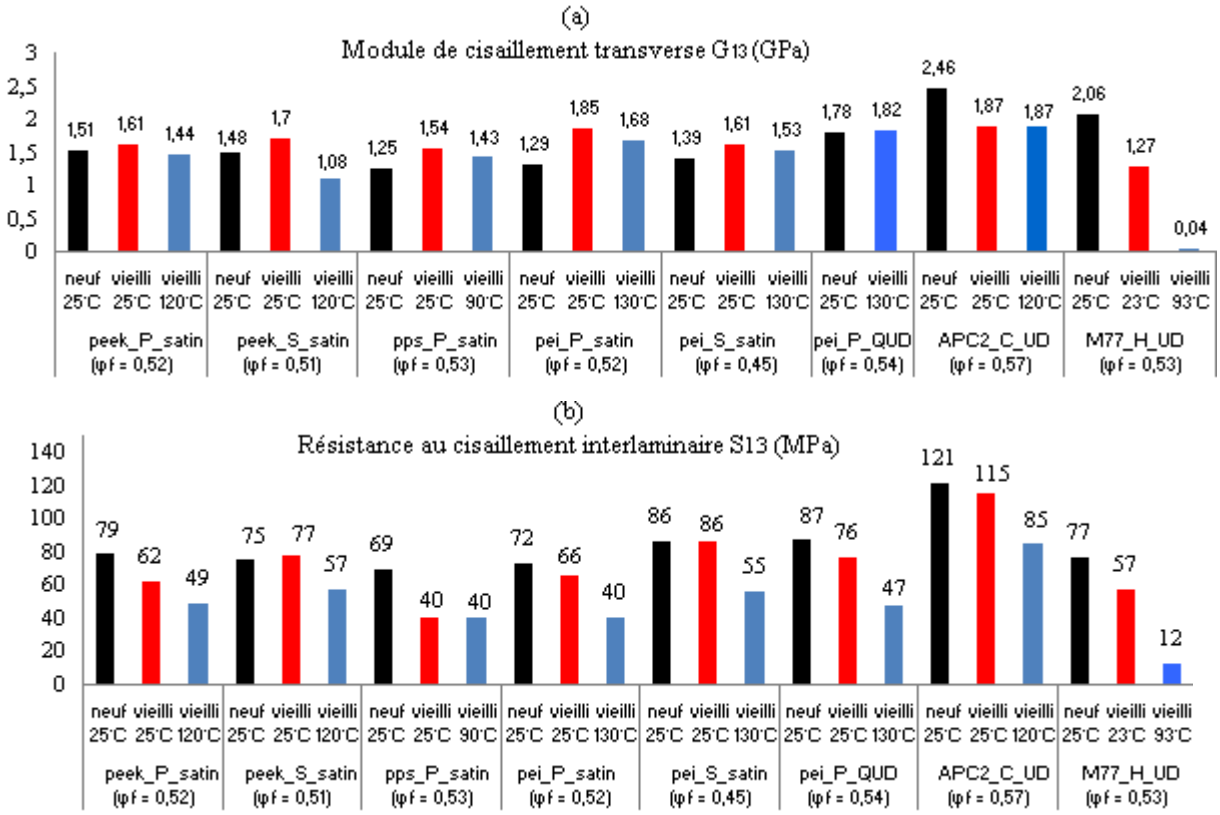


Figure III. 15. Modules (a) et résistances (b) en cisaillement interlaminaire des des stratifiés sollicités à l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 5%.

Pour ce qui est des valeurs des résistances au cisaillement transverse (S_{13}), les résultats sont beaucoup plus satisfaisants et contrairement aux modules, ils sont beaucoup moins sensibles à la distance entre appuis. Si on considère le cas des matériaux UD et quasi-UD à l'état sain et à 25°C, on constate que leurs résistances sont presque similaires à celles obtenues en cisaillement plan (S_{12}) sur les mêmes matériaux. Cela confirme d'une part le fait qu'un composite à armure UD est isotrope transverse (isotropie dans le plan (2,3)), et d'autre part que les mesures réalisées sont de bonne qualité. De façon globale, les résistances obtenues sont toutes cohérentes aux attentes, aussi bien pour les tissus que pour les UD [Verdeau, 1988], [Aucher 2009], [Bassery, 2011].

III.3.2.2 Influence des conditions sévères

Comme dans l'essai de cisaillement plan, l'essai de CIL met fortement la matrice et les interfaces à contribution. Ainsi on s'attend logiquement à un impact important de l'humidité et de la température sur le comportement en CIL des différents stratifiés.

Les courbes de la figure III.14 montrent que l'humidité seule abaisse de façon significative la résistance et modifie le mode de rupture qui devient beaucoup plus ductile. Lorsqu'on couple humidité et température, on a quasiment un plateau de rupture et le profil en escalier n'est plus très visible du fait que la température a assoupli la matrice et du coup, la rupture aux interfaces devient encore moins brutale. Si on s'intéresse aux données numériques, on constate qu'à l'exception des matériaux à armures UD (APC2_C_UD et M77_H_UD), l'humidité seule tend à augmenter légèrement le module de tous les autres stratifiés à armures tissées avant que le couplage avec la température ne les fasse rechuter à un niveau qui reste supérieur à l'état sain. Le vieillissement hygrothermique aurait donc des effets contraires sur les modules en cisaillements plan et transverse des ces matériaux et tendrait à les rigidifier en flexion.

Concernant l'influence des conditions sévères sur la résistance des matériaux, on constate que l'humidité seule n'a quasiment aucun effet sur les matières du fournisseur 'S' et sur L'APC2_C_UD. par contre pour celles de fabrication 'P' et le carbone/époxy, l'humidité seule entraine des abattements de l'ordre 10% sur les pei_P_satin et pei_P_QUD, de 20% pour le peek_P_satin, 25% pour la M77_H_UD et de 40% pour le pps_P_satin qui apparait encore une fois de comme celui de tous les matériaux qui est le plus vulnérable à l'humidité. Lorsqu'on couple vieillissement et température, les matériaux APC2_C_UD, peek_S_satin et pei_S_satin qui étaient insensibles à l'humidité subissent des abattements respectifs de 30%, 25% et 36%, et la M77_H_UD comme dans les cas précédents perd quasiment toute sa résistance avec 85% de chute à 93°C. Les matériaux issus du fournisseur P quant à eux voient leurs résistance chuter de 40% pour le peek_P_satin, de 45% pour les pei_P_satin et pei_P_QUD, et enfin de 40% pour le pps_P_satin dont l'abattement final n'aura été dû qu'à la seule l'humidité, puisque la température n'a induit aucune chute supplémentaire.

Au terme ce cet essai on peut dire que l'humidité et le couplage humidité-température auront eu des effets bien plus dramatiques sur le comportement en CIL par rapport au cisaillement plan, montrant ainsi que les interfaces entre plis sont encore plus vulnérables que les interfaces fibres/matrice. On aura aussi eu la confirmation des tendances qui se dégagent depuis les paragraphes précédents à savoir que le composite à matrice PPS apparait de loin comme le plus vulnérable à l'humidité, que les stratifiés issus du fournisseur 'S' semblent plus résistants à l'humidité et que les matériaux à matrice époxy M77 et PEI sont finalement les plus vulnérables à la température. En effet, sollicités à près de 30°C et 70°C en dessous de leurs Tg respectives, ces stratifiés subissent des abattements égaux voire supérieurs à ceux à matrices PEEK et PPS qui sont pourtant sollicités quasiment à leur température de transition vitreuse.

III.4 Comportement en compression longitudinale/chaine et transverse/trame

III.4.1 Quelques rappels sur les mécanismes d'endommagement

Le comportement des composites à fibres longues en compression est très différent de celui en traction et implique des mécanismes complexes qui conduisent le plus souvent à leur ruine prématurée par rapport au cas des sollicitations en traction. Afin de mieux interpréter les essais qui interviendront dans la suite, il est utile de rappeler de façon succincte les éléments clefs des mécanismes d'endommagement et de rupture en compression des stratifiés à fibres continues.

En effet, lors d'une sollicitation en traction ou en compression longitudinale/chaine, la matrice est cisaillée suivant un plan à 45° de la direction de chargement (qui est la direction de cisaillement maximal) et ce cisaillement bute sur la fibre ou le fil/toron. Si la fibre est en traction, sa tension est si forte que la force de cisaillement de la matrice n'a finalement aucun effet sur elle, car très faible pour la faire flamber. Par contre, si le matériau est en compression, la force de cisaillement de la matrice est suffisante pour initier un micro-flambement local de la fibre ou du fil qui va se propager aux fibres voisines sur une distance plus ou moins longue suivant la facilité de la matrice à être cisaillée. Lorsque la matrice possède une faible résistance au cisaillement comme c'est le cas par exemple pour une matrice amorphe, lors d'une augmentation de la température ou encore au passage de la Tg, ces micro-flambements forment de longues bandes continues appelées bandes de flambement ou plus communément 'kink band' dont un exemple est illustré à l'image (c) de la figure III.16. Par contre si la matrice possède une forte résistance au cisaillement comme c'est le cas pour les époxy, l'endommagement consiste plutôt à un mélange de petites/courtes bandes de flambement et de délaminages comme le montre l'image (b) de la figure III.16.

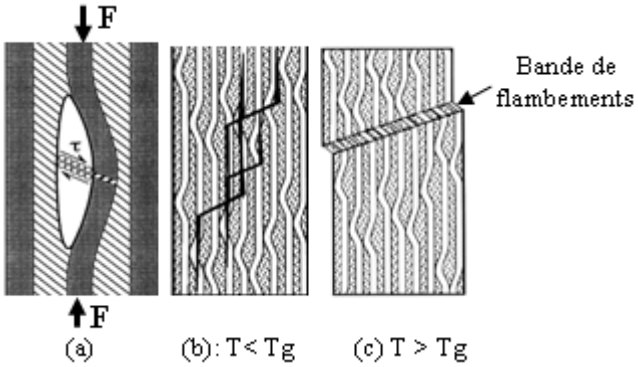


Figure III. 16. Mécanisme d'endommagement d'un pli UD en compression axiale: (a) initiation du flambement ; (b) propagation de l'endommagement pour T < Tg ; (c) propagation T > Tg, [Grape *et al*, 1998].

Dans le cas particulier des tissus, ce mécanisme est rendu encore plus facile grâce aux chevauchements des fils/torons qui sont une aide supplémentaire à la formation des 'kink band'. En effet, les chevauchements des fils/torons dans les armures tissées créent des ondulations qui du point de vue de la compression ressemblent à des micro-flambements de mèches. Ainsi, lors de la compression, les déformations hors plan des mèches et les cisaillements dans les fils/mèches transverses vont tout simplement accentuer ces micro-flambements issus de la structure même du tissu, et conduire à la formation des bandes de flambement qui s'initieront au niveau des zones de chevauchement. Aucher [Aucher, 2009] dans ses travaux de thèse a effectué une étude comparative des comportements en compression des stratifiés carbone/époxy et carbone/PPS satin de 5 équilibré à température ambiante (20°C) et à 120°C. Ses résultats illustrés à la figure III.17 corroborent tous les mécanismes décrits

précédemment à savoir que pour le carbone/époxy (C/Epoxy) dont la matrice époxy est assez résistante au cisaillement, on a à 20°C un mélange de petites 'kink band' et de délaminages tandis qu'à 120°C, on a une seule et longue bande. Dans le cas du carbone/PPS (C/PPS) dont la matrice thermoplastique PPS est moins résistante en cisaillement, on a la formation d'une seule et large bande dès 20°C.

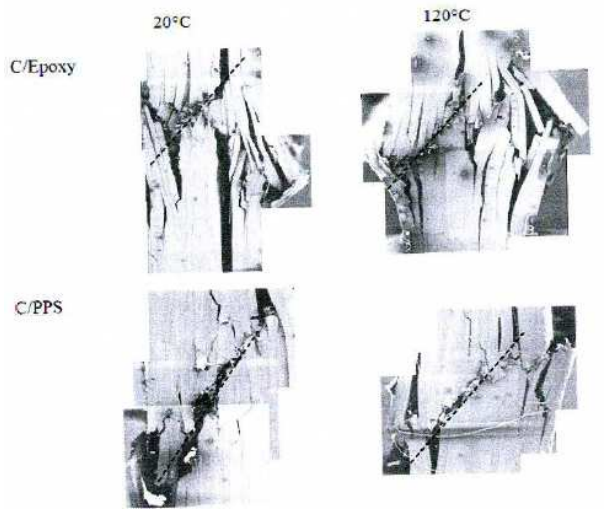


Figure III. 17. Observation au MEB des faciès de rupture en compression des composites satins 5 équilibrés en carbone/époxy et carbone/PPS sollicités à 20°C et à 120°C [Aucher, 2009].

Enfin en compression transverse/trame, la matrice étant l'élément essentiel mis à contribution, on aura une rupture en cisaillement pur dans la direction de cisaillement maximale c'est-à-dire 45° de la direction de chargement. De façon générale, on constate que contrairement au cas de la traction longitudinale/chaine où la matrice jouait un rôle mineur, cette dernière joue plutôt un rôle central en compression. De plus, plus la matrice sera difficilement cisaillable (rigidité et résistance en cisaillement élevées), plus le stratifié sera résistant en compression [Dorey *et al*, 1985].

III.4.2 Description des moyens d'essai

Le but premier de cet essai est de mesurer la résistance mécanique en compression quasi-statique dans les directions longitudinales/chaine (Xc) et transverse/trame (Yc). Quelques éprouvettes des matériaux peek_P_satin et peek_S_satin ont été munies de jauges de contraintes dans les directions longitudinale/chaine et transverse/trame afin de mesurer les déformations et déduire dans leurs cas particuliers, leurs modules et coefficients de poisson en compression (E_{1C} et ν_{12c}). Le système d'amarrage illustré à la figure III.18 est une forme modifiée de la norme ASTM D3410, où l'épaisseur des éprouvettes est prise suffisamment épaisse (~4mm) afin de limiter au maximum leur flambement. Les porte-échantillons sont munis de mors serrés à la vis et d'une hauteur de 12,5mm, laissant une zone utile de 15mm environ puisqu'une éprouvette mesure en moyenne 40mm de long sur 12,5mm de large. Au cours du chargement, les deux portes échantillons coulissent dans un cylindre de guidage qui est aussi un système anti-flambement. Le chargement appliqué en bout d'éprouvette dans les mors est de type mixte,

avec une compression directe sur la section transversale et du cisaillement sur les bords. La vitesse de chargement appliquée au vérin est de 1mm/min. Au cours de l'essai, la cellule de charge mesure la force *F* appliquée par le vérin et la contrainte de compression est alors calculée par l'équation (III-19), où *b* et *h* sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette.

$$\sigma_{11C}\,(resp\ \sigma_{22C}\ \ pour\ le\ sens\ transverse) = \frac{F}{b \cdot h} \qquad \text{(III-19)}$$

Les contraintes à rupture sont déduites en remplaçant F pas sa valeur à la rupture.

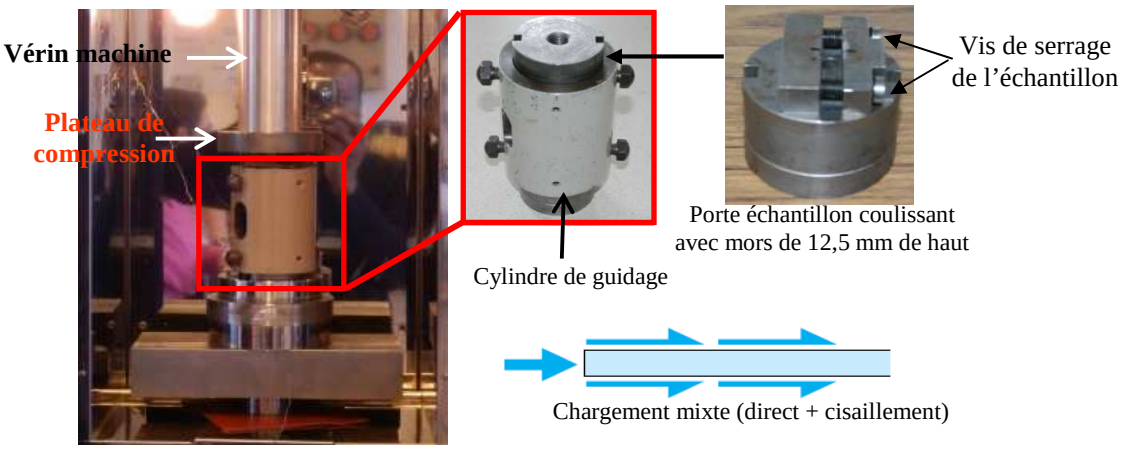


Figure III. 18. Système d'amarrage des essais de compression longitudinale/chaine et transverse/trame.

Dans le cas des essais en température, on procède exactement comme dans les précédents essais, avec une sonde placée à la surface de l'échantillon qui permet de réguler la température de l'étuve en se calant sur celle de l'échantillon. Comme pour les essais précédents, un temps d'homogénéisation de trois à quatre minutes est laissé une fois que la température souhaitée est atteinte.

III.4.3 Résultats et analyses

III.4.3.1 Cas de la compression longitudinale/chaine

III.4.3.1.1 Comportement à l'était sain

La figure III.19 illustre après leur rupture, les éprouvettes des différents matériaux sollicitées en compression longitudinale/chaine à l'état sain et à température ambiante (25°C). Pour ces quatre matériaux qui sont tous à matrices thermoplastiques, on peut remarquer clairement des 'kink band' nettes. Ainsi, les matrices thermoplastiques étudiées dans cette thèse sont suffisamment ductiles à 25°C pour que ce mode de rupture se produise de façon aussi nette. Il va de soi que les sollicitations en température ne feront qu'accentuer et renforcer ce mode de rupture.

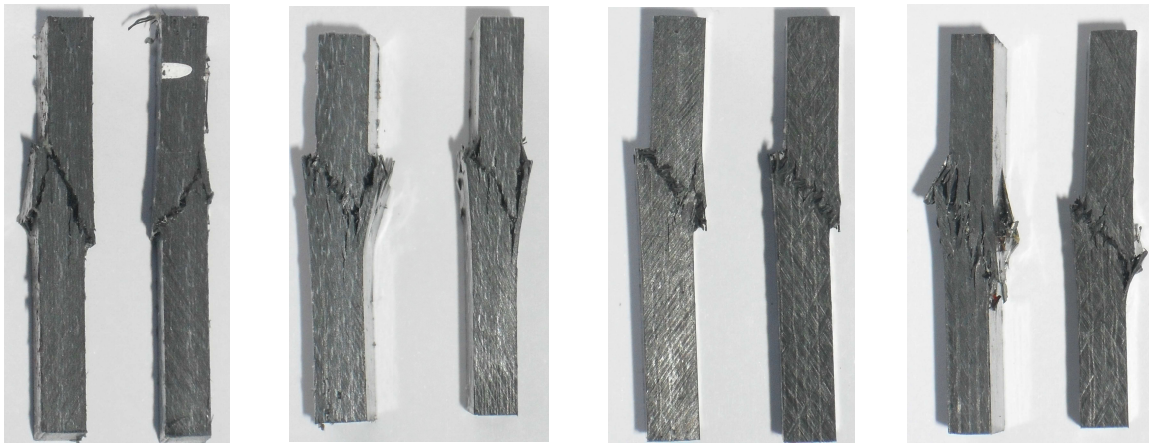


Figure III. 19. Eprouvettes après rupture en compression longitudinale/chaine à l'état sain et à 25°C. De la gauche vers la droite on le peek_P_satin, pps_P_satin, pei_P_satin, pei_P_QUD.

La figure III.20 représente les courbes de compression des deux stratifiés dont les éprouvettes avaient été équipées de jauges de contraintes pour les essais à température ambiante. On remarque que comme en traction longitudinale, on a un comportement de type élastique fragile, ce qui est tout à fait logique puisque le comportement dans cette direction reste en majeure partie dominé par celui des fibres. Les propriétés déduites de ces courbes sont résumées au tableau III.3. On constate qu'en termes de modules et coefficients de poisson, les valeurs obtenues sont identiques (à la mage d'erreur près) à celles obtenues en traction longitudinale sur les mêmes matériaux. Par contre, les déformations et résistances sont plus basses qu'en traction. Cela traduit tout simplement le fait que la rupture en compression est prématurée par rapport à celle en traction.

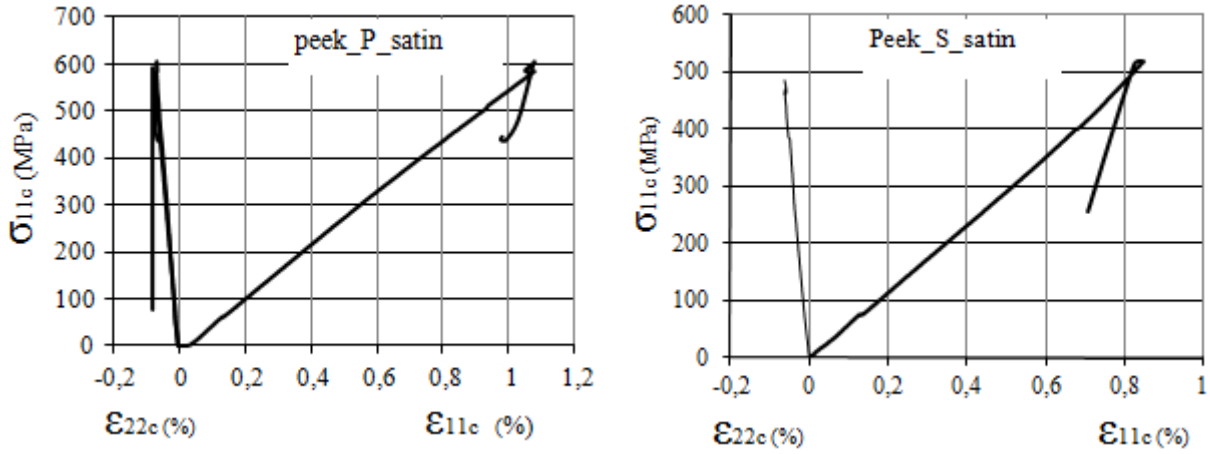


Figure III. 20. Courbes de compression longitudinale/chaine à l'état sain et à 25°C des stratifiés peek_P_satin et peek_S_satin. La lettre c en indice signifie compression.

L'ensemble des résistances mesurées sur tous les stratifiés sont résumées à la figure III.21. Avant tout commentaire, on peut remarquer que les résultats obtenus sur le stratifié UD M77_H_UD sont très bas pour un UD, même en tenant compte de son taux de fibres (53%) un peu faible. En effet, le montage s'est

avéré peu adapté à la compression longitudinale de ce stratifié car beaucoup trop résistant, si bien que la rupture s'est produite dans les mors suite à un écrasement. C'est pourquoi nous considérons les mesures obtenues comme des minimas puisqu'on serait monté à un niveau beaucoup plus haut (au moins supérieur aux tissus) avec un montage plus adapté utilisant des talons pour palier à ce problème [Krawczak].

De façon générale, le comportement à l'ambiante pour tous les matériaux est inférieur à celui obtenu en traction. Cela est logique car le phénomène des 'kink band' décrit précédemment provoque la rupture prématurée des matériaux. on remarque également que le matériau quasi-UD a une résistance en compression bien plus basse que celle trouvée pour les UD dans la littérature. Cela montre encore une fois l'influence des fibres de verre dans la direction transverse de ce matériau. La légère ondulation qu'elles créent est très préjudiciable aux propriétés en compression du quasi-UD dont le comportement se rapproche finalement plus de celui d'un tissu que d'un UD. Enfin concernant les stratifiés à armures tissées, les résultats sont tout à fait dans la gamme attendue. En guise de comparaison, nous obtenons sur le stratifié pps_P_satin les mêmes résultats que ceux obtenus par Aucher [Aucher, 2009]. La seule surprise reste le matériau peek_S_satin dont la résistance est beaucoup plus faible que celle de son homologue peek_P_satin. Nous attribuons cela au fait que les fibres craquées utilisées dans ce matériau subissent des élongations non nécessaires dans la zone plane des cuvettes où sont prélevées les éprouvettes. Cela conduit à des défauts de tensions et des désalignements de fibres qui font que celles-ci ne reprennent pas les efforts comme elles le devraient.

	E_{1c}(GPa)	ν_{12c}	ε_{11c} (%)	X_C (MPa)
peek_P_satin	58,82 ± 3,51	0,05 ±0,01	1,10 ± 0,05	600,17 ± 19,37
peek_S_satin	55,99 ± 5,13	0,12 ± 0,01	0,81 ± 0,04	462,98 ± 43,90

Tableau III.3. Résumé des propriétés mécaniques en compression des stratifiés peek_P_satin et peek_S_satin sollicités à l'état sain et à 25°C. l'indice c signifie compression.

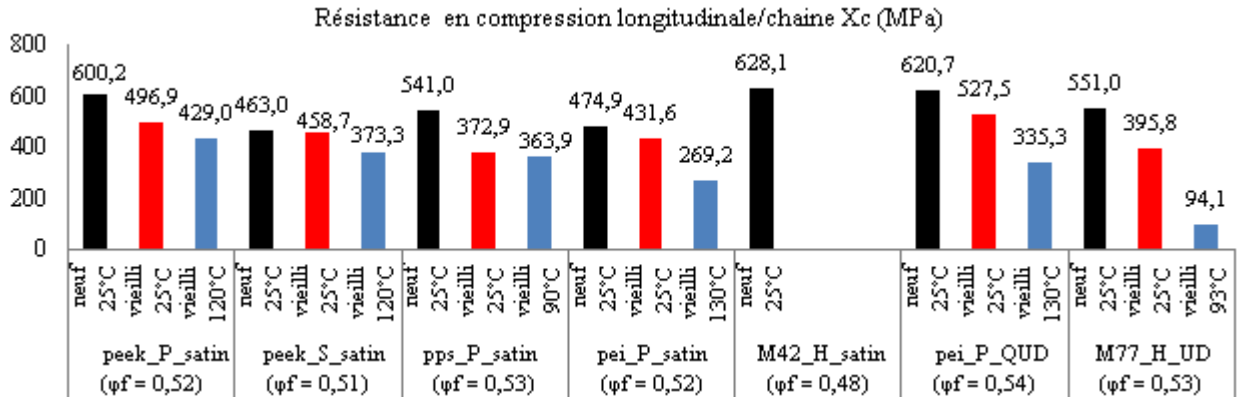


Figure III. 21. Résistances mécaniques en compression longitudinale/chaine des stratifiés sollicités à l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue); dispersion maximale de 10%.

III.4.3.1.2 Influence des conditions sévères

Vu que les stratifiés testés dans cet essai cassaient déjà en bandes de flambement à l'état sain, on s'attend à ce que dans les conditions sévères, le même mode de rupture se produise de façon encore plus nette et prématurément. En effet, si on s'intéresse aux résultats numériques de la figure III.21, on constate que le vieillissement hygrothermique seul provoque des chutes importantes des résistances de tous les matériaux issus du fournisseur 'P' : -10% pour le pei_P_satin, 15% pour le pei_P_QUD, -18% pour le peek_P_satin, -28% pour la M77_H_UD et -31% pour le pps_P_satin qui comme dans tous les essais précédents apparait encore comme le plus affecté par l'humidité. Ces abattements signifient en d'autres termes que l'humidité a eu pour effet de diminuer la rigidité et la résistance au cisaillement plan des matrices TP de ces stratifiés et de faciliter par là la formation des bandes de flambement. Cet effet plastifiant de l'humidité qui se confirme ne concerne pas uniquement les matrices TP puisque Hacque et Jeelani [Hacque et Jeelani, 1992] ont obtenu des abattements d'environ 10% sur la résistance en compression des composites carbone/époxy vieillis et sollicités à 25°C. Enfin, concernant le matériau peek_S_satin issu du fabricant 'S', on constate que le vieillissement seul n'a quasiment aucun effet sur son comportement comme cela a été le cas lors des précédents essais. La formulation de ce matériau lui confèrerait finalement une plus grande aptitude à résister aux effets de l'humidité par rapport à ses homologues de fabrication 'P'.

Lorsqu'on couple vieillissement et température, on s'attend à ce que les abattements soient encore plus marqués puisque la température est une facilité supplémentaire au cisaillement des matrices. Cela est le cas pour le peek_P_satin dont l'abattement passe de 18% à 28%, du peek_S_satin qui passe de 0% à 20%, des 2 matériaux pei_P_satin et pei_P_QUD qui passent respectivement de 10% et 15% à 45% et enfin de la M77_H_UD qui passe de 28% à 83%, confirmant ainsi la perte de consistance totale de sa matrice à 93°C. Pour ce qui est du stratifié satin à matrice PPS, on constate que la température n'apporte aucun abattement supplémentaire puisque l'abattement ce dernier reste stable à 31%. L'humidité est donc le principal facteur gênant pour ce matériau. On peut une fois de plus souligner l'abattement important subit par les stratifiés à matrice PEI. Ces derniers apparaissent finalement comme les moins performants en compression, premièrement parce que le caractère amorphe de la matrice PEI les rend faciles à cisailler, d'où leur résistance plutôt basse même à l'état sain. Deuxièmement parce que leur forte sensibilité à la température empire de façon dramatique l'abattement de leur résistance en compression.

III.4.3.2 Cas de la compression transverse/trame

Les armures satin étant équilibrées dans les directions longitudinale/chaine et transverse/trame, leur comportement mécanique en compression est identique dans les deux sens. L'essai de compression transverse ne concernera donc que les matériaux UD (M77_H_UD) et quasi-UD (pei_P_QUD).

III.4.3.2.1 Comportement à l'état sain

La figure III.22 montre les faciès de rupture des deux matériaux sollicités. Comme prédit, nous observons une rupture nette et sans bavure en cisaillement. Les valeurs numériques obtenues sont compatibles aux valeurs usuelles de compression en sens transverse sur des UD.

III.4.3.2.2 Influence des conditions sévères

L'analyse de l'histogramme de la figure III.23 permet de constater que la résistance mécanique du stratifié quasi-UD à matrice PEI subit un abattement d'environ 16% du fait du vieillissement humide seul et de 48% à peu près lorsqu'on couple vieillissement et température. Ces valeurs sont quasiment identiques à celles obtenues sur le même matériau en compression longitudinale/chaine (15% et 45%). Dans le cas du carbone/époxy M77_H_UD, l'abattement est encore plus important avec 34% dû au vieillissement seul et 80% lorsqu'on couple vieillissement et température. Cela finit de nous convaincre qu'en compression, l'ampleur de l'abattement de la résistance du stratifié correspond finalement à l'ampleur de la baisse de la résistance au cisaillement de sa matrice et que le cisaillement de la matrice joue un rôle clef dans le mécanisme d'endommagement des composites sollicités en compression. Ces résultats mettent encore une fois en évidence la forte sensibilité des matrices PEI et époxy M77 à la température que nous avions déjà remarquée lors des précédents essais.

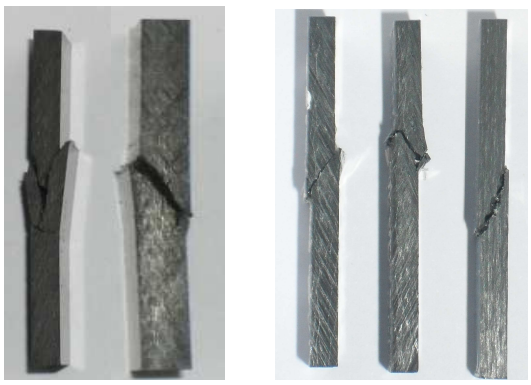


Figure III. 22. Eprouvettes après rupture en compression transverse/trame à l'état sain et à 25°C. à gauche M77_H_UD ; à droite pei_P_QUD.

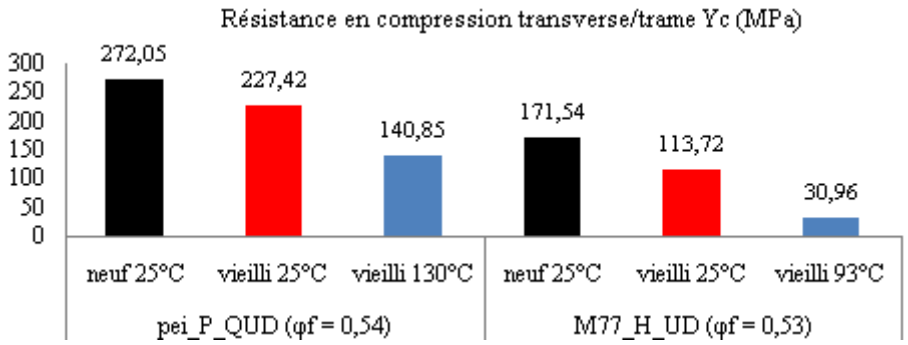


Figure III. 23. Résistances en compression transverse/trame des stratifiés sollicités à l'état sain et à 25°C (en noir), vieilli et à 25°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue); dispersion maximale de 6%.

III.5 Comportement à l'impact et en compression après impact

Le comportement mécanique des composites à l'impact et en compression après impact est très important pour la qualification des structures aéronautiques. En effet, au cours des différentes opérations

de montage ou de maintenance, des impacts sont vite arrivés à travers des clefs, des vis et autres objets qui tombent malencontreusement sur les pièces. Ces incidents qui paraissent anodins à première vue peuvent avoir des conséquences dramatiques sur les propriétés mécaniques des composites, car ils sont sources de nombreux endommagements comme le délaminage qui est très pénalisant pour le comportement mécanique de la structure et particulièrement en compression. Il est donc nécessaire d'étudier les effets d'un impact sur les différents matériaux afin de déterminer les plus tenaces et surtout prédire leur résistance résiduelle en compression après impact grâce aux observables tirés de l'analyse du choc.

III.5.1 Comportement à l'impact des stratifies

III.5.1.1 Le dispositif experimental et le traitement des données

III.5.1.1.1 Le dispositif

Afin d'étudier les effets d'un impact sur les stratifiés, il a fallu réaliser des essais d'impact suivant la norme AITM 1.0010 dont le dispositif expérimental est illustré à la figure III.24.

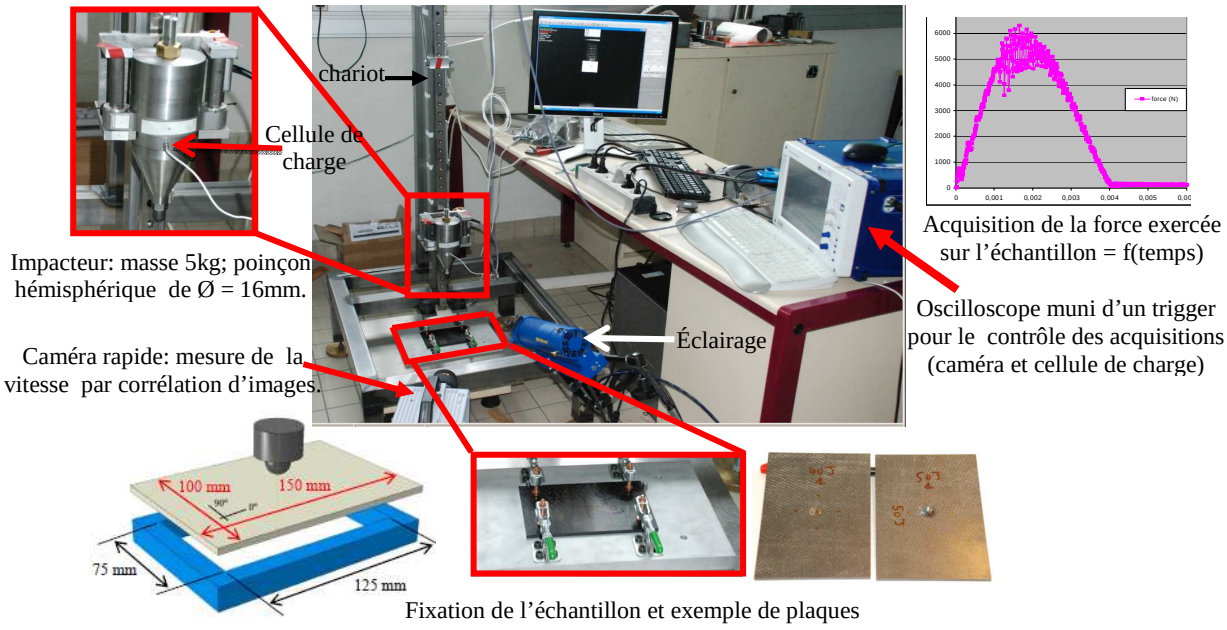


Figure III. 24. Dispositif expérimental de l'essai d'impact.

Le principe de l'essai est assez simple. Il consiste à laisser tomber en chute libre une masse (l'impacteur) munie d'un poinçon hémisphérique d'une hauteur *h* correspondant à l'énergie souhaitée sur une plaque de stratifié (la cible) de 150mm de long par 100mm de large. La cible est maintenue sur un socle en aluminium percé en son centre d'une ouverture rectangulaire de 125mm de long par 75mm de large. Notre impacteur qui pèse au total 5Kg coulisse sur un chariot et est équipé d'une cellule de charge pour la mesure de la force *F* appliquée sur l'échantillon au cours du choc, et d'un poinçon hémisphérique

de 16mm de diamètre comme l'exige la norme. Une caméra rapide permet de mesurer par corrélation d'images le déplacement de l'impacteur au cours du temps et d'en déduire sa vitesse réelle (et donc l'énergie réelle d'impact) juste avant le choc. Un oscilloscope muni d'un trigger (un déclencheur d'acquisition) permet d'effectuer les différentes acquisitions issues de la caméra et de la cellule de charge. Une fois les plaques composites impactées, la profondeur de l'empreinte permanente est mesurée dans un délai maximal de 30 minutes après l'impact.

La hauteur *h* correspondant à l'énergie cinétique d'impact souhaitée *Ec* est déduite du théorème de l'énergie cinétique et donnée par l'expression (III-20), où *m* est la masse de l'impacteur, *v* sa vitesse au moment du choc, *g* l'accélération de la pesanteur et $E_{frottements}$ l'énergie dissipée par frottements sur le chariot et dont il faut tenir compte pour avoir la bonne hauteur de chute.

$$E_C = \frac{1}{2} m \cdot v^2 = m \cdot g \cdot h - E_{frottements} \quad \Rightarrow \quad h = \frac{\frac{1}{2} m \cdot v^2 + E_{frottements}}{m \cdot g} \qquad \text{(III-20).}$$

De façon générale dans les modèles physiques, les forces de frottement *f* sont proportionnelles aux vitesses via un facteur de proportionnalité *k*. Ainsi en posant que $f = kv$, l'énergie de frottement n'est autre que le travail de cette force de frottement au cours de la chute de distance *h*. l'énergie de frottements ainsi que l'expression finale de hauteur correspondant à l'énergie d'impact souhaitée (ou à la vitesse souhaitée) sont données par l'expression (III-21) :

$$E_{frottements} = k \cdot v \cdot h \quad \Rightarrow \quad h = \frac{m \cdot v^2}{2 \cdot (m \cdot g - k \cdot v)} \qquad \text{(III-21).}$$

Pour déterminer le coefficient de proportionnalité *k*, il suffit de laisser tomber l'impacteur de différentes hauteurs *h*, de mesurer la vitesse réelle *v* et de calculer la différence *Ec – mgh* qui est égale à l'énergie de frottements *kvh*. Ainsi, on peut déduire une évolution de *k* en fonction de la vitesse et on se rend compte que ce facteur décroit exponentiellement avec la vitesse comme le montre la figure III.25. Pour chaque valeur d'énergie cinétique ou de vitesse souhaitée, on peut lire la valeur de k correspondante et utiliser la relation (III-21) pour calculer la hauteur de chute nécessaire.

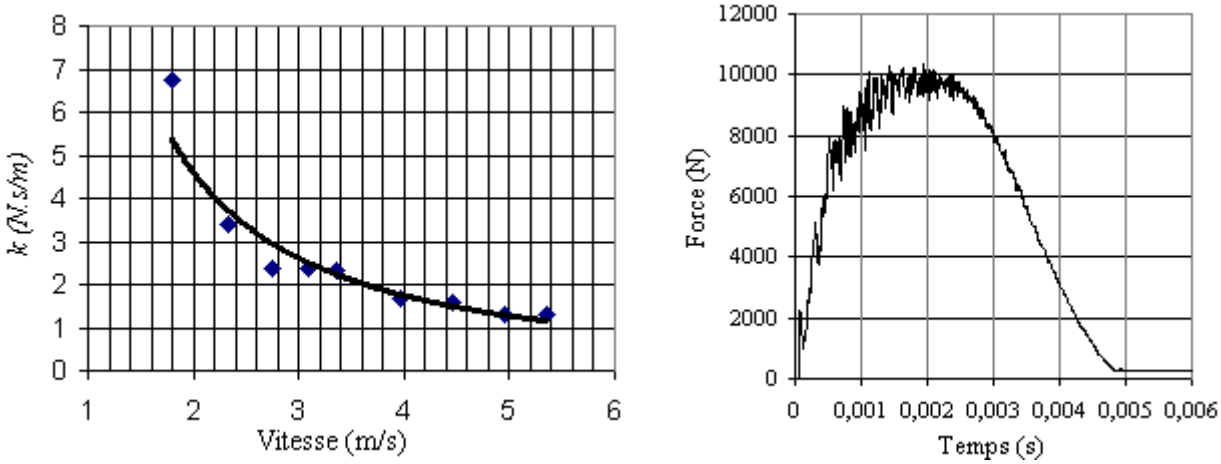


Figure III. 25. Evolution du coefficient de frottements masse-chariot avec la vitesse de chute (à droite) et exemple de courbe de charge mesurée par la cellule dans le cas du stratifié pee_P_satin impacté à 40J.

Les plaques sont soumises aux impacts d' énergies 10J, 15J, 20J, 25J, 30J, 40J, 50J et E_{1mm} dans le cas où l'impact à 50J laisse une empreinte permanente de profondeur supérieure à 1mm, et à 20J, 30J, 40J, 50J, 60J, 70J et E_{1mm} dans le cas où la profondeur de l'empreinte permanente laissée par l'impact à 50J est inférieure à 1mm. E_{1mm} représente l'énergie nécessaire pour laisser une empreinte permanente de 1mm de profondeur et est obtenue par extrapolation de la courbe de l'énergie d'impact en fonction de la profondeur de l'empreinte. Avec un minimum de 10J comme énergie d'impact, on peut classer nos essais dans la catégorie des essais à forte énergie.

III.5.1.1.2 Le Traitement des données

La caméra nous permet de mesurer la vitesse d'impact et donc l'énergie d'impact *Ei*. La cellule de charge quant à elle nous fournit la force *F* (figure III.25) exercée par l'impacteur sur l'échantillon (ou à contrario la réaction du matériau) au cours du choc. La mesure de cette force en fonction du temps nous permet de remonter à l'énergie *Ea* absorbée par le matériau sous forme d'endommagements (rupture de fibres, plasticité, fissurations, délaminage…etc), et à l'énergie élastique *Ee* stockée dans le matériau puis restituée à l'impacteur lors de son rebond :

En effet, le principe fondamental de la dynamique ($2^{ème}$ loi de Newton) appliqué à l'impacteur supposé parfaitement rigide s'écrit

$$\vec{F} + \vec{P} = m\vec{\gamma} \tag{III-22}$$

Dans cette équation, $\vec{P}$ et $\vec{\gamma}$ sont respectivement le poids et l'accélération de l'impacteur. En projetant l'équation (III-22) suivant l'axe vertical et en prenant la direction du haut vers le bas comme sens positif, on déduit l'expression de l'accélération de l'impacteur qui est donnée par l'équation (III-23) :

$$-F + mg = m\gamma \Rightarrow \gamma(t) = g - \frac{F(t)}{m} \tag{III-23}$$

Une première intégration dans le temps de cette équation nous permet de déduire la vitesse *v(t)* de l'impacteur à tout instant t au cours du choc. Elle est donnée par l'expression (III-24) où v_0 représente la vitesse initiale de l'impacteur, c'est-à-dire au moment où il entre en contact avec le matériau.

$$v(t) = gt - \int_0^t \frac{F(t)}{m} dt + v_0 \tag{III-24}.$$

Une deuxième intégration de la vitesse permet de remonter à la position (au déplacement) de l'impacteur $\delta(t)$ à tout instant t qui est donnée par l'équation par (III-25) :

$$\delta(t) = \frac{1}{2} gt^2 + v_0 t + \delta_0 - \iint \frac{F(t)}{m} dt \tag{III-25}$$

δ_0 représente la position d'origine, qui vaudra 0 si on prend pour origine des espaces la surface du matériau. La comparaison de l'expression (III-25) avec la mesure expérimentale à la caméra permet de vérifier que les mesures sont bien faites. A l'aide de toutes ces expressions, on peut déduire l'énergie

$E_T(t)$ transmise au matériau à chaque instant t et qui se décompose en énergie stockée sous forme élastique *Ee* et en Energie absorbée *Ea*. Elle est donnée par l'expression (III-26) :

$$E_T(t) = \frac{m}{2}(v_0^2 - v^2(t)) - mg\delta(t) \approx \frac{m}{2}(v_0^2 - v^2(t)) = Ee + Ea \qquad \text{(III-26).}$$

Dans la relation (III-26), le terme $mg\delta(t)$ fait référence à l'énergie potentielle de l'impacteur, qui est très négligeable au vue du faible déplacement. Ainsi l'énergie transmise est quasiment égale à la variation de l'énergie cinétique. Les énergies *Ee* et *Ea* peuvent être déterminées facilement en traçant les courbes de $E_T(t)$ ou de force-déplacement comme le montrent les exemples de la figure III.26. La courbe de l'énergie transmise au matériau présente deux phases : Une première où elle croit jusqu'à atteindre un maximum qui correspond au moment exact où la vitesse du projectile s'annule : c'est la phase d'absorption-stockage. Ensuite, commence la seconde phase où la courbe décroit et qui correspond à la rétrocession à l'impacteur de l'énergie élastique stockée dans le matériau. A la fin du choc, on peut alors en déduire les valeurs des 2 contributions à l'énergie totale transmise. Ces dernières peuvent également être évaluées en calculant l'aire en dessous de la courbe force-déplacement.

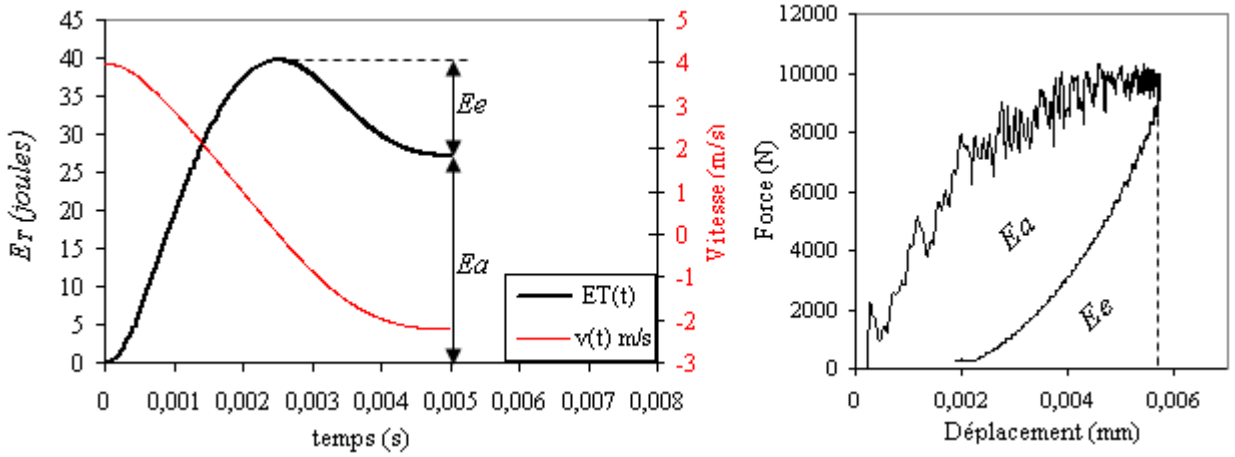


Figure III. 26. Courbes énergie transmise et vitesse en fonction du temps (à gauche) et force-déplacement (à droite) ; courbes obtenues dans le cas du stratifié peek_P_satin impacté à 40J.

III.5.1.2 Résultats et discussions

III.5.1.2.1 Les mécanismes d'endommagement

La figure III-27 représente les courbes d'énergie échangée par les différents stratifiés au cours de l'impact ainsi que la face arrière de trois d'entre eux qui sont représentatifs des observations faites sur l'ensemble des matériaux. On peut d'emblée remarquer que pour l'UD, le dommage (délaminage à priori) est beaucoup plus étendu que pour les deux satins. On remarque également que l'endommagement s'étend beaucoup plus pour le satin M42 qui est à matrice époxy par rapport au satin à matrice thermoplastique PPS dont l'endommagement reste confiné autour du point d'impact. Enfin, les courbes d'énergie échangée nous montrent que le matériau à amure UD a la plus grande capacité de stockage d'énergie élastique. Ces premières observations nous permettent de conclure que l'armure du matériau et

la nature de la matrice ont une forte influence sur les mécanismes d'absorption et de dissipation de l'énergie d'impact.

De toute évidence, l'armure UD favorise la propagation du délaminage par rapport aux armures tissées. En effet, les interfaces planes et régulières entre les plis UD permettent une propagation sur de longues distances, contrairement aux interfaces irrégulières entre les plis tissés qui rendent la progression du délaminage beaucoup plus aléatoire (plus difficile), ce qui permet de le cantonner dans une zone réduite autour du point d'impact. Escale [Escale *et al*, 2012] qui a fait une comparaison des comportements à l'impact entre les stratifiés à armures UD et satin 5 en époxy, APC2, PEEK et PPS est arrivé à la même conclusion quant à la meilleure tenue à l'impact des tissus par rapport aux UD. Kim et Sham [KIM et Sham, 1999] quant à eux ont démontré clairement que les tissus propageaient beaucoup moins les délaminages résultant des impacts que les stratifiés croisés à armure UD grâce à la discontinuité de leurs interfaces. La figure III.27 n'est qu'une preuve visuelle de ces faits. Par ailleurs, plus un matériau a la capacité de stocker de l'énergie élastique (comme le M77_H_UD), plus il a tendance à propager facilement les fissures et délaminages car moins tenace. La mécanique de la rupture nous apprend d'ailleurs que les fissures et les délaminages sont des moyens très efficaces de décharge élastique.

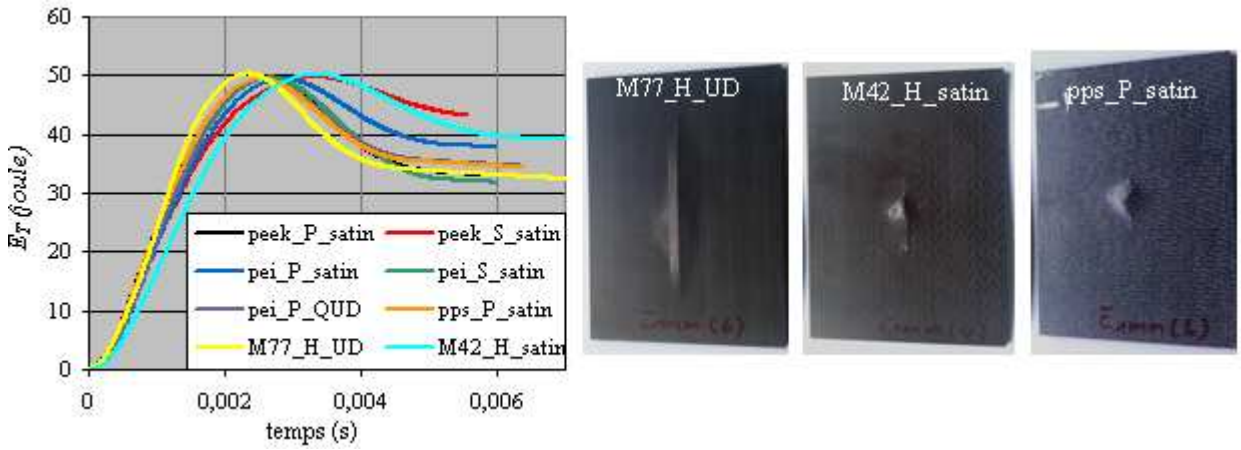


Figure III. 27. Courbes d'énergies échangées entre l'impacteur et les différents stratifiés impactés à 50 joules (à droite) ; à gauche, faces arrières de trois stratifiés impactés à E_{1mm} (énergie laissant une empreinte de 1mm de profondeur) et représentatifs de tous les matériaux testés.

En ce qui concerne l'influence de la matrice, la figure III.27 montre que pour 2 armures satins avec la même profondeur d'empreinte, celui à matrice époxy présente une zone de dommage plus étendue sur la face arrière. En effet, la nature viscoélastique des matrices époxy fait que lors de l'impact, la quasi-totalité de l'énergie est transférée à l'intérieur du matériau. Cela va se traduire par des ruptures de fibres en traction et beaucoup de délaminages sur la face inférieure de la plaque. A énergies d'impact et épaisseurs de plaques égales, l'empreinte laissée sur la face supérieure des composites à matrice époxy est beaucoup moins profonde que celle laissée sur les stratifiés à matrice thermoplastique, justement du fait de ce transfert d'énergie vers l'intérieur. La dissipation d'énergie par les matrices époxy se fait donc essentiellement par délaminage, fissuration et rupture de fibres. Dans le cas des composites à matrices thermoplastiques par contre, le mécanisme de dissipation est tout autre.

En effet, à cause de leur ductilité et de leur ténacité, la majeure partie de l'énergie d'impact n'est pas transmise à l'intérieur mais dissipée par déformation plastique et il en résulte des fissures de compression en faible nombre, des ruptures de fibres par compression (écrasement) au niveau du point d'impact et des délaminages très peu étendus. L'empreinte laissée sur la face supérieure est alors bien appuyée par rapport aux époxy. Le mécanisme prépondérant de dissipation de l'énergie pour ces matériaux est donc la déformation plastique. Ces observations sont corroborées par plusieurs études précédentes. On peut citer par exemple Dorey [Dorey *et al*, 1985] et Bishop [Bishop, 1985] qui ont observé que les composites carbone/PEEK et carbone/PPS avaient des dommages d'impact beaucoup moins étendus que dans les composites carbone/époxy, et qu'il en résultait une meilleure contrainte résiduelle en compression pour ceux-ci par rapport aux carbone/époxy. De façon globale, la plupart des études s'accordent sur le fait que les composites à matrices thermoplastiques résistent mieux aux impacts que ceux à matrice époxy. Cependant, il existe des cas spécifiques où les carbone/époxy à défaut d'être meilleurs ont un comportement équivalent aux carbone/thermoplastiques. C'est par exemple le cas lorsqu'on a des taux de cristallinité très élevés dans les matrices thermoplastiques, ou lorsque les plaques impactées sont de faible épaisseur, ou encore dans le cas des impacts de faible énergie (<4J).

En effet, il est établi que le taux de cristallinité renforce le caractère viscoélastique des matrices thermoplastiques qui perdent du coup en ductilité et en ténacité, les rapprochant ainsi du comportement d'un thermodurci. Verdeau [Verdeau, 1988] et Leicy [Leicy et HOGG, 1989] ont étudié l'influence de la cristallinité sur le comportement à l'impact des stratifiés à matrices PEEK et PPS. Leurs résultats montrent que pour les matrices fortement cristallisées, la densité de fissures, l'étendue des délaminages ainsi que la surface d'endommagement sont bien plus élevées que dans le cas des matrices amorphes. Ils notent également que pour les matrices fortement cristallisées, ces délaminages apparaissent très près de la face inférieure de la plaque impactée, signe d'un transfert d'énergie vers l'intérieur de la plaque comme dans le cas des époxy. Enfin les essais en compression après impact leur donne de meilleures propriétés résiduelles pour les amorphes par rapport aux semi-cristallins. Ainsi, les amorphes sont meilleurs absorbeurs d'énergie que les semi-cristallins dont le comportement est finalement équivalent à ceux des carbone/époxy lorsque leur taux de cristallinité est très élevé. Cependant, ces résultats ne sont valables finalement que pour des épaisseurs et énergies d'impact suffisamment élevées.

En fait, il se trouve que pour des plaques de faible épaisseur (<2mm), la plasticité du matériau n'a pas assez de volume pour s'exprimer et la plaque impactée tend plutôt à se déformer en flexion sous l'impacteur, quelque soit la nature de la matrice (amorphe, semi-cristalline ou thermodurcie). Cela provoque dans tous les cas une rupture par initiation de fissures transverses et délaminages dans les plis proches de la face inférieure en tension. Ainsi pour les faibles épaisseurs, les carbone/ thermoplastiques ne présentent pas d'avantage particulier sur les carbone/époxy. Par ailleurs, même si la plaque est suffisamment épaisse et que l'énergie d'impact est faible (<4J), les matrices thermodurs présentent encore un avantage sur les thermoplastiques. En effet, les thermodurs dissipent facilement les faibles énergies d'impact grâce à leur facilité à générer des microfissures, contrairement aux matrices amorphes et peu cristallisées dont la ténacité rend difficile l'initiation de ces microfissures. Il en résulte dans les carbone/thermoplastique des ruptures de fibres par écrasement sous le poinçon même à des faibles énergies d'impact, tandis que les microfissures de la matrice dans les carbone/époxy permettent de les

préserver. Afin de juger de cette différence de comportement entre composites amorphes et semi-cristallins, des radiographies X ont été réalisées sur les plaques impactées (cf. figure III.28).

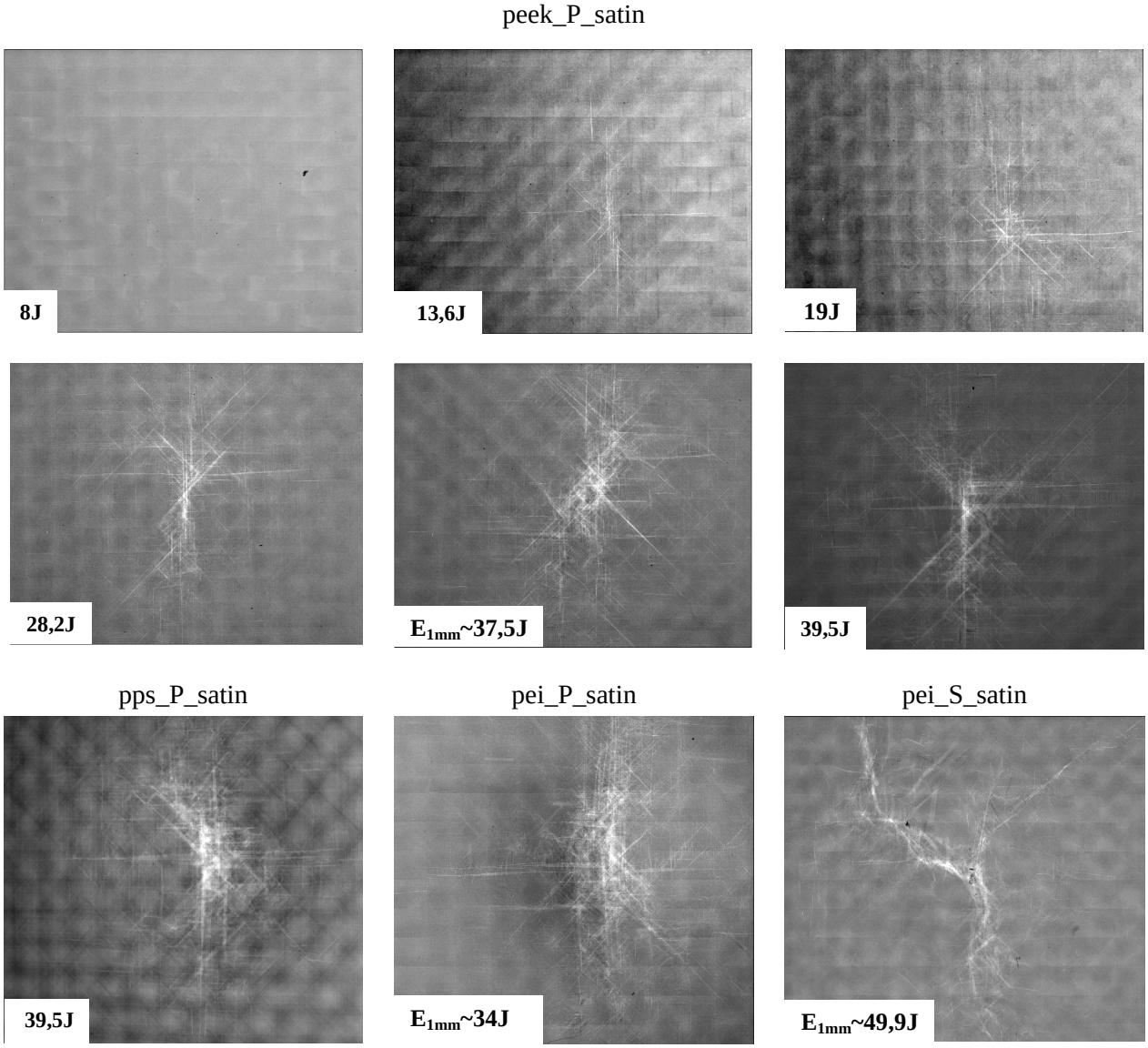


Figure III. 28. Radiographie en transmission aux rayons X des stratifiés impactés à différents niveaux d'énergie.

La première observation qu'on peut tirer de la figure III.28 est le caractère très anisotrope des endommagements (délaminages) qui semblent se propager suivant les trois directions d'empilement des plis, à savoir 0°, 90° et 45°. Ensuite, si on compare les radiographies des matériaux à matrices semi-cristallines peek_P_satin et pps_P_satin avec celles du pei_satin_P à matrice amorphe (tous de fabrication 'P'), on se rend compte que les semi-cristallins présentent peu de dommages (fissures et délaminages selon toute vraisemblance) concentrés autour de leur point d'impact mais qui se propagent très loin de celui-ci. Par contre l'amorphe certes présente quelques gros dommages assez étendus, mais la grande majorité se concentre au voisinage immédiat du point d'impact. Ces résultats confirment les

observations de Verdeau et Leicy. Cependant, il semble y avoir une contradiction avec la radiographie du stratifié pei_S_satin à matrice amorphe PEI mais de fabrication 'S' qui présente très peu de fissures mais très étendues, signe d'une certaine fragilité. De plus, si on revient à la figure III.27, on se rend compte que ce matériau a quasiment la même capacité de stockage d'énergie élastique que le stratifié UD à matrice époxy(M77), pourtant le caractère amorphe de sa matrice devrait le rendre beaucoup plus absorbant. Cette dernière observation montre la difficulté qu'il y'a à tirer des généralités sur le comportement des composites car les résultats sont aussi tributaires des formulations et procédés utilisées par les différents industriels. Un durcisseur ou autre adjuvant en excès peut changer de façon radicale le comportement mécanique du composite. Il faut donc garder un esprit critique à tout moment.

III.5.1.2.2 Analyse quantitative des résultats

- **La relation entre l'énergie d'impact et la profondeur de l'empreinte.**

L'un des avantages majeurs des matrices thermoplastiques par rapport aux thermodurcissables c'est leur déformation plastique qui permet non seulement une meilleure absorption de l'énergie d'impact, mais donne aussi une information visible sur le lieu du dommage, information très utile pour les opérations de maintenance. La taille (la profondeur) de cette indentation peut s'avérer être un observable efficace pour la prédiction d'éventuels dommages internes qu'aurait subit le matériau lors d'un choc. La figure III.29 présente l'évolution de la taille d'empreinte en fonction de l'énergie d'impact pour tous les matériaux étudiés. Afin de s'affranchir des effets géométriques, nous prenons comme paramètre l'empreinte normalisée qui est le rapport entre la profondeur de l'indentation et l'épaisseur de la plaque.

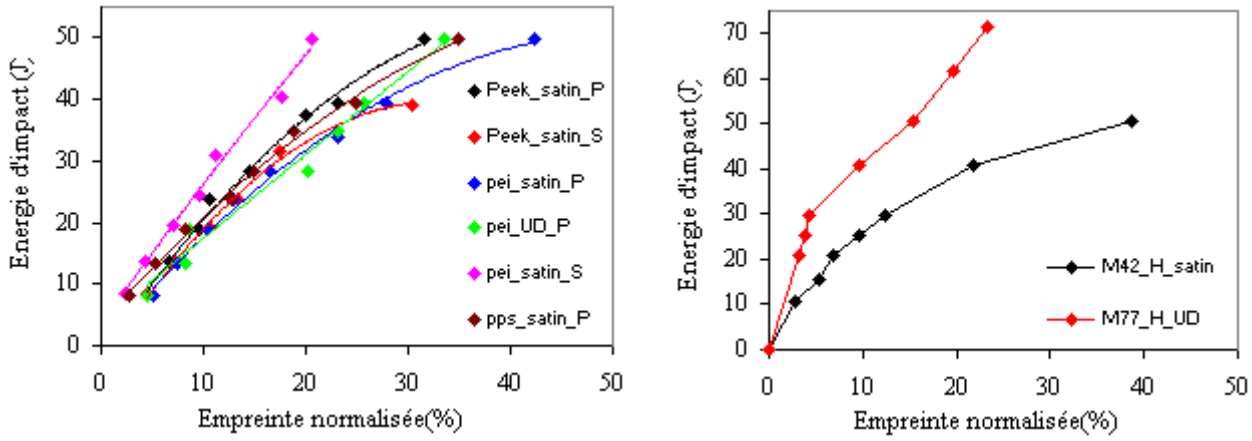


Figure III. 29. Evolution de la taille (profondeur) d'empreinte en fonction de l'énergie d'impact : à gauche cas des matrices thermoplastiques ; à droite cas des matrices époxy.

L'observation de la figure III.29 permet de constater qu'à l'exception du stratifiés pei_S_satin de fabrication 'S' qui suit une loi linéaire, tous les autres stratifiés à matrices thermoplastique semblent suivre une même loi. Ces courbes permettent par exemple à partir d'une énergie donnée, de prédire la taille/profondeur de l'indentation qu'on devrait avoir. Cela pourrait s'avérer utile en maintenance car pour une taille d'empreinte donnée, on peut facilement approximer l'énergie d'impact que le matériau a reçu. Ces courbes ont d'ailleurs été utilisées avec une précision acceptable pour déterminer l'énergie E_{1mm}

nécessaire à l'obtention d'une profondeur d'indentation de 1mm. Par ailleurs on peut également remarquer l'allure des courbes qui semblent tendre vers un seuil. Une hypothèse possible pour l'expliquer est que lorsque l'énergie incidente augmente, une part de plus en plus importante de cette dernière sera consacrée à la propagation dans le plan des endommagements (fissures, et délaminages) générés, ce qui va réduire la part absorbée par la déformation plastique d'où cette tendance vers un seuil.

Dans le cas des deux stratifiés à matrice époxy on remarque une grande différence entre leurs courbes, renforçant ainsi l'idée selon la quelle l'armure joue un rôle important dans les mécanismes d'endommagement et de d'e dissipation de l'énergie d'impact. On remarque que celui à armure satin a une courbe à l'allure proche de celles obtenues sur les stratifiés à matrice thermoplastique tandis que la courbe de celui à armure UD est beaucoup plus raide et présente deux phases. Une première phase linéaire jusqu'à 30 joules où la profondeur de l'indentation augmente très lentement. Ensuite une seconde phase à partir de 30 joules où la profondeur augmente plus rapidement. La raison probable de ce comportement est qu'en deçà de 30 joules, la grande rigidité du matériau fait que la dissipation se fait essentiellement par fissuration et délaminage. Au delà de 30 joules, la déformation plastique prend une part de plus en plus en plus importante, d'où cette augmentation plus rapide de la profondeur de l'indentation.

- **La relation entre l'énergie incidente et l'énergie absorbée.**

Nous avons montré dans les paragraphes précédents qu'en intégrant la courbe expérimentale force-temps, on pouvait remonter aux courbes d'énergie échangée (transmise) entre l'impacteur et la cible au cours du choc. Un meilleur moyen de corréler les transferts d'énergie aux dommages observés est la représentation des résultats sous forme de profils d'énergie. Ce sont des diagrammes qui représentent l'énergie absorbée (*Ea*) en fonction de l'énergie d'impact (*Ei*). Pour chacun des stratifiés et pour chaque énergie d'impact, les échanges d'énergie ont été calculées et les profils établis. La figure III.30 donne en exemple le cas du stratifié peek_P_satin, et la figure III.31 résume les profils des stratifiés à matrices thermoplastiques d'une part et époxy d'autre part.

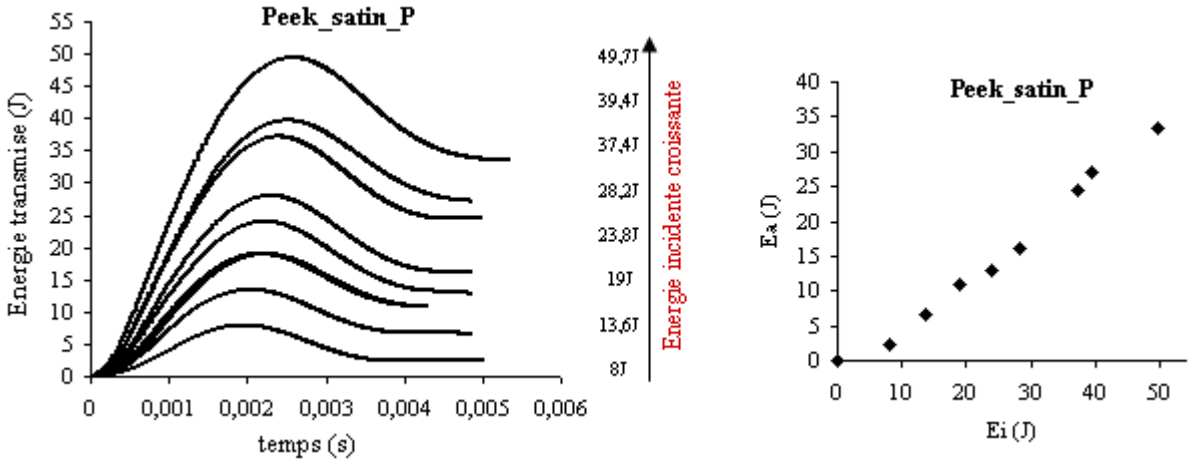


Figure III. 30. Energies échangées entre impacteur et cible au cours du temps (à droite) et profils d'énergie correspondants (à gauche) pour le stratifié peek_P_satin.

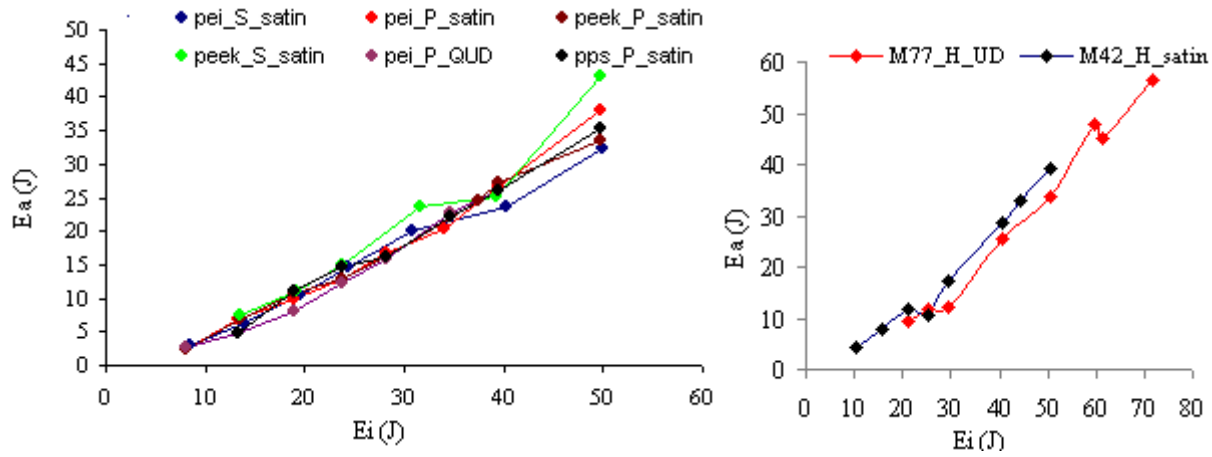


Figure III. 31. résumé des profils d'énergie des différents stratifiés à matrices thermoplastiques (à gauche) et époxy.

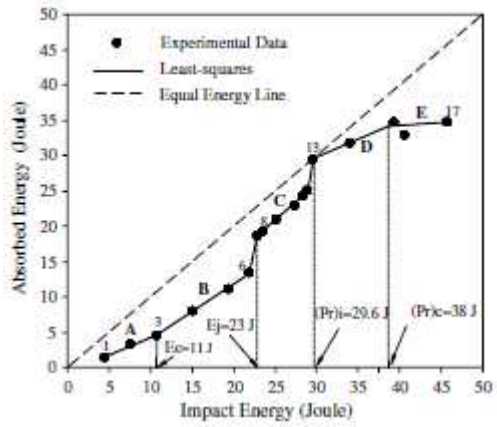


Figure III. 32. Profil d'énergie obtenu sur un taffetas verre/époxy. Sont indiqués clairement les ruptures de pentes signes d'une propagation brutale du délaminage [Atas et Sayman, 2008].

L'observation de ces courbes nous montre logiquement que l'énergie absorbée/dissipée augmente avec l'énergie incidente, signe qu'on endommage de plus en plus le matériau. Cela est en accord avec les radiographies de la figure III.28 où on voit clairement que la taille des délaminages et de la zone endommagée augmente avec l'énergie incidente. On peut également remarquer à la figure III.31 que pour les stratifiés à matrice thermoplastique, l'énergie absorbée (*Ea)* augmente de façon quasiment linéaire avec l'énergie incidente (*Ei*), ceci quelque soit le matériau. Cela signifie que dans ces stratifiés, les dommages générés par l'impact se propagent de façon progressive et régulière après leur initiation, car on ne note pas d'absorption brutale (rupture de pente sur le profil) d'énergie.

Dans le cas des stratifiés à matrices époxy par contre, on constate que les profils sont un peu plus chaotiques, signe de propagations brutales des dommages une fois qu'ils aient été initiés ou qu'ils aient atteints une taille critique [Atas et Sayman, 2008]. Sur le profil du stratifié à armure UD en particulier, on peut noter que jusqu'à une énergie d'impact de 30 joules, on a une dissipation lente d'énergie. Ensuite, à

partir de 30 joules, on a une rupture de pente avec une dissipation plus rapide. Cette observation rejoint celle faite sur la courbe taille d'empreinte-énergie de la figure III.29 et confirme qu'un mécanisme de dissipation nouveau fait son entrée de façon brutale à 30 joules. Cependant, les profils d'énergie de ces matériaux ne sont pas si chaotiques que ça car il y'a bien pire. En effet, si on les compare aux profils obtenus par exemple sur un taffetas verre/époxy représenté de la figure III.32 où apparaissent des ruptures nettes de pentes dues aux propagations brutales des fissures et délaminages, on peut même finalement dire que nos deux carbone/epoxy dissipent plutôt bien.

Au terme de cette analyse du comportement à l'impact des différents stratifiés, on peut dire que les grandes tendances connues sur le comportement de ces derniers ont été vérifiées : les composites à matrices thermoplastiques apparaissent comme les meilleurs dissipateurs/absorbeurs (maximum de dissipation avec le minimum de dommages) par rapport à ceux à matrices époxy. L'armure et la cristallinité semblent également jouer un rôle important. La seule surprise est venue du stratifié pei_S_satin dont la matrice pourtant amorphe se comporte comme un matériau très rigide. Il est d'ailleurs le thermoplastique qui demande la plus forte énergie (50J) pour obtenir une empreinte de 1mm de profondeur, alors qu'on s'attendait logiquement à ce que soit les semi-cristallins qui aient un tel comportement. Cela prouve finalement que les résultats sont aussi tributaires des procédés industriels car de toute évidence, il y'a un agent très durcisseur dans ce matériau. Enfin, mis à part cette exception du pei_S_satin, on constate que la quasi-totalité des stratifiés à matrices thermoplastiques semblent avoir le même type (même loi) de comportement face à un impact. Cependant comme je l'ai mentionné, ces généralités doivent être prises avec suffisamment de hauteur puisqu'on reste tributaire des procédés industriels. Nous allons maintenant corréler ces résultats à ceux obtenus en compression après impact.

III.5.2 Comportement en compression après impact

III.5.2.1 Description des moyens d'essai

Le dispositif de compression après impact est illustré à la figure III.33. C'est un montage de type Airbus normé AITM 1.0010 et conçu avec un système de guidage anti-flambements. Après les impacts et les analyses, les plaques sont soumises à l'essai de compression à température ambiante, puis en température après vieillissement hygrothermique jusqu'à saturation. La contrainte résiduelle est alors évaluée par le rapport entre la force à rupture et la section transversale de la plaque suivant la formule (III-19). Pour les essais en températures, la procédure est la même que dans les précédents essais, à la seule différence que le temps d'homogénéisation de la température est rallongé d'une minute car les échantillons sont beaucoup plus larges et surtout deux fois plus épais que ceux des précédents essais.

Avant de passer aux compressions sur plaques impactées, il faut valider le montage, c'est à dire s'assurer que ce n'est pas le flambement qui provoque la rupture des plaques. Pour cela, un essai est réalisé sur une plaque non impactée en peek_P_satin de séquence $[0°]_{16}$, sur la quelle quatre jauges de contraintes sont collées en vis-à-vis en raison de deux par face. Ainsi, les jauges A1 et A2 (figure III.33) sont collées sur la première face et en vis-à-vis respectivement de B1 et B2 collées sur l'autre face. Un flambement est mis en évidence si la déformation sur une face s'inverse (décroît) alors qu'elle s'accroît rapidement sur l'autre face. La norme AITM 1.0010 juge le montage satisfaisant si à 0,3% de

déformation, l'écart maximal entre les déformations mesurées par les quatre jauges est inférieur à 10%. En observant les courbes de la figure III.33, on se rend compte que c'est bien le cas, d'où la validation du montage. Par ailleurs, les courbes mesurées nous fournissent également les modules en compression (E_{1c}) du stratifié peek_P_satin. Sur les quatre jauges, on obtient une valeur moyenne de 59,80GPa. Cette valeur est identique à celle obtenue précédemment en compression longitudinale/chaine (cf. tableau III.3). Ce résultat est une validation supplémentaire du montage de compression longitudinale/chaine utilisé précédemment.

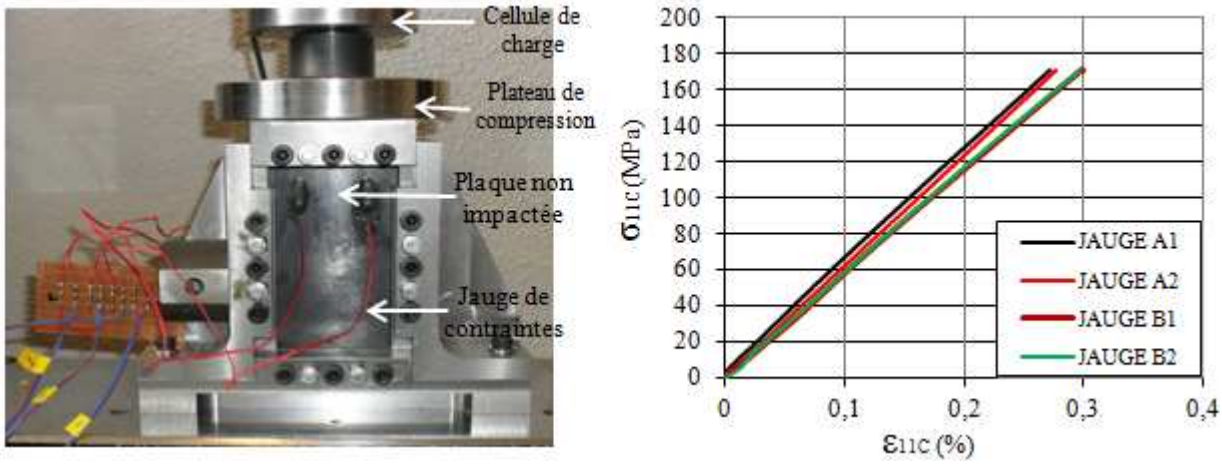


Figure III. 33. Dispositif Airbus de compression après impact et exemple de compression sur stratifié peek_P_satin non impacté et de séquence $[0°]_{16}$ pour validation du montage ; à droite les courbes obtenues avec les 4 jauges.

III.5.2.2 Résultats et analyses

III.5.2.2.1 Comportement à l'état sain

Pour chaque matériau étudié, on comprime trois plaques impactées à 30 joules, trois plaques impactées à E_{1mm} et une seule plaque pour chacune des autres énergies d'impact. La figure III.34 présente les faciès de rupture des six types de matériaux testés en compression après impact. On retrouve la rupture typique en cisaillement et suivant un plan passant par le point d'impact, même pour les plus faibles énergies (~8joules). Ce mode de rupture est tout à fait en accord avec les mécanismes décrits précédemment en compression longitudinale/chaine. Cette correspondance de faciès de rupture obtenu avec les deux types de montages de compression est plutôt rassurante quant à leur validité. Les plans de rupture quant à eux prouvent bel et bien que la rupture s'initie au point d'impact.

Afin de comparer les matériaux vis-à-vis de leur tolérance aux dommages, nous avons choisi de représenter l'évolution de leurs contraintes résiduelles normalisées *r* (définies comme les rapports des contraintes à rupture après impact par les contraintes à rupture des stratifiés non impactés) en fonction de l'énergie incidente *Ei*, ou de la profondeur *e* de l'indentation normalisée par l'épaisseur de la plaque. Les résultats sont illustrés à la figure III.35.

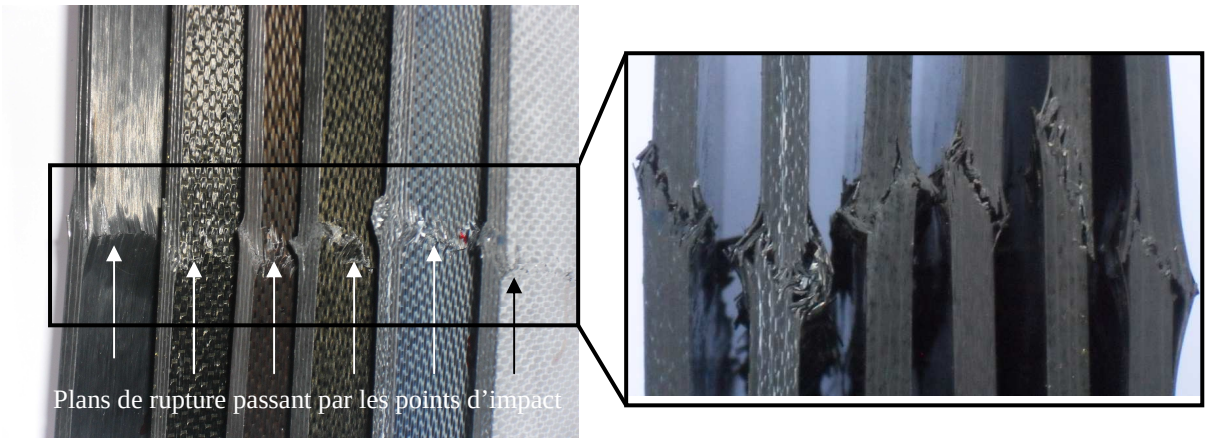


Figure III. 34. Faciès de rupture en compression après impact à 25°C sur éprouvettes non vieillies. de la gauche vers la droite on a : M77_H_UD, pei_P_QUD, M42_H_satin, pei_S_satin, pps_P_satin et peek_P_satin.

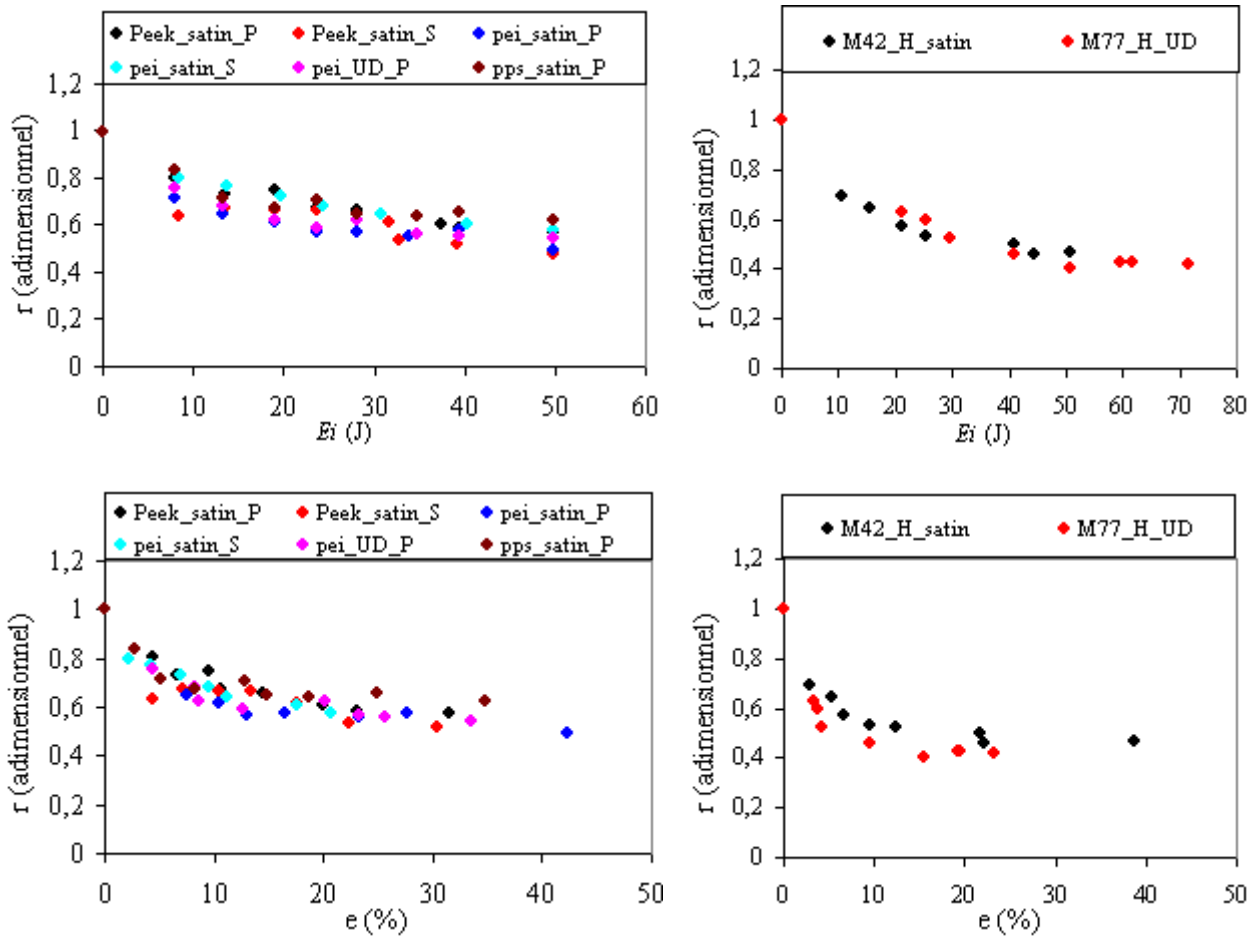


Figure III. 35. Evolution de la résistance résiduelle normalisée en fonction de la l'énergie incidente *Ei* (1ère ligne) et de l'indentation normalisée (2ème ligne) ; matrices thermoplastiques à gauche et époxy à droite.

L'analyse des résultats révèle comme on pouvait s'y attendre une décroissance de la résistance résiduelle avec l'augmentation de l'énergie incidente ou de la profondeur de l'empreinte. On remarque également que tous les stratifiés aussi bien à matrices thermoplastiques qu'époxy semblent suivre une loi de décroissance de la même forme, avec un palier (un seuil) en deçà du quel l'impact semble n'avoir plus aucun effet sur la résistance résiduelle. Loriot et Cardamone [Loriot et Cardamone, 1988] dans leur étude comparative du comportement face un impact des composites fabriquées avec les deux principales familles de matrice (TP et époxy) ont obtenu des courbes décroissantes similaires aux nôtres, avec cette tendance vers un seuil de saturation de l'effet de l'impact sur les propriétés résiduelles. Tout ceci confirme la tendance observée précédemment lors des essais d'impact et selon laquelle les stratifiés à matrices thermoplastiques pouvaient être généralisées par une même loi car présentant finalement des comportements de la même forme aussi bien à l'impact qu'en compression après impact. Quant aux stratifiés à matrices époxy, les essais d'impact ont montré une différence de comportement entre le tissu et l'unidirectionnel. Cependant en compression après impact, leurs contraintes résiduelles à tous les deux suivent finalement une loi analogue à celles des stratifiés à matrices thermoplastiques. Pour décrire cette décroissance de la résistance résiduelle, intuitivement nous pouvons penser à une loi exponentielle de premier ordre dont la forme donnée par l'équation (III-26) avec r_s la résistance résiduelle du palier, C_1 et C_2 deux constantes à déterminer.

$$r = r_s + C_1 \exp(\frac{-Ei}{C_2}) \qquad ou \qquad r = r_s + C_1 \exp(\frac{-e}{C_2}) \tag{III-26}$$

La figure III.36 illustre le cas du matériau pps_satin_P, traité avec le logiciel Origin7. On remarque que la loi (III-26) permet de représenter avec une bonne précision les points expérimentaux. Les paramètres identifiés pour chacun des stratifiés sont résumés au tableau III.4.

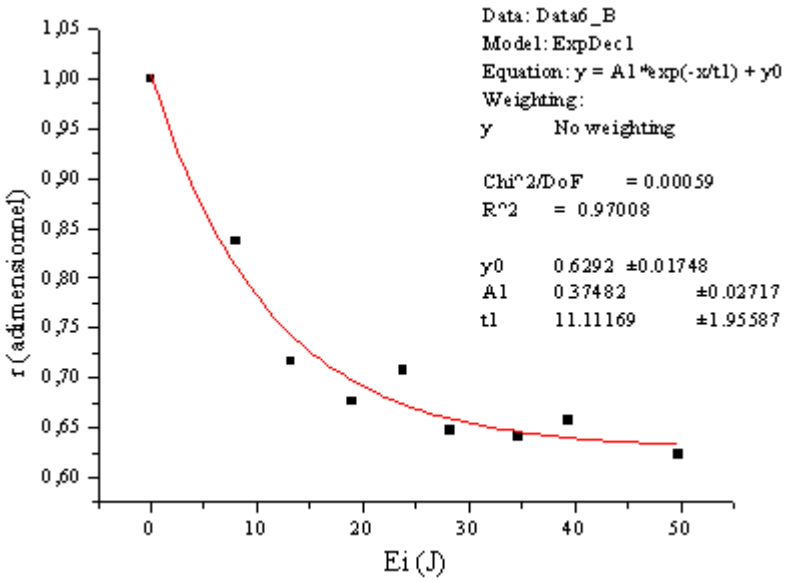


Figure III. 36. Exemple de fit réalisé avec l'équation (III-26) dans le cas du stratifié pps_P_satin.

	peek_P_satin	pei_P_satin	pei_S_satin	pei_P_QUD	pps_p_satin	M77_H_UD	M42_H_satin
r_s	0,55 ± 0,03	0,54± 0,02	0,56± 0,03	0,55± 0,01	0,62± 0,02	0,38 ± 0,02	0,46 ± 0,01
C_1	0,44 ± 0,03	0,46± 0,03	0,43± 0,03	0,45± 0,02	0,37± 0,02	0,63 ± 0,03	0,54 ± 0,02
C_2	18,49 ± 3,71	9,24± 1,35	18,84± 3,11	10,76± 1,15	11,11± 1,96	22,13 ± 2,30	13 ,60 ± 0,94

Tableau III.4. Paramètres de le l'équation (III-26) pour tous les matériaux impactés

Finalement, lorsqu'on compare ces paramètres, on constate que d'une part, nous avons les stratifiés à matrices thermoplastiques dont les paramètres varient très peu, avec une résistance résiduelle seuil comprise entre 55% et 60% de la résistance du matériau non impacté. Les meilleurs matériaux semblent être finalement le pps_P_satin, le pei_S_satin et le Peek_satin_P dont les résistances sont un peu moins affectées par l'impact que celles des autres. D'autre part, nous avons les deux stratifiés à matrice époxy dont les paramètres sont aussi proches l'un de l'autre malgré leur différence d'armures. Leurs résistances seuils se situent entre 40% et 45% de la contrainte du matériau non impacté. Les stratifiés à matrices époxy sont donc bel et bien de loin plus affectés par l'impact que leurs homologues à matrices thermoplastiques. Ce qui confirme finalement la plupart des précédentes études menées sur ces matériaux.

III.5.2.2.2 Influence des conditions sévères

L'influence des conditions sévères n'a été mise en évidence que sur les échantillons impactés avec une énergie laissant une indentation de 1mm de profondeur. Trois plaques de chaque stratifié ont été vieillies et testées. La moyenne des résultats obtenus pour chacun d'eux est représentée à la figure III.37.

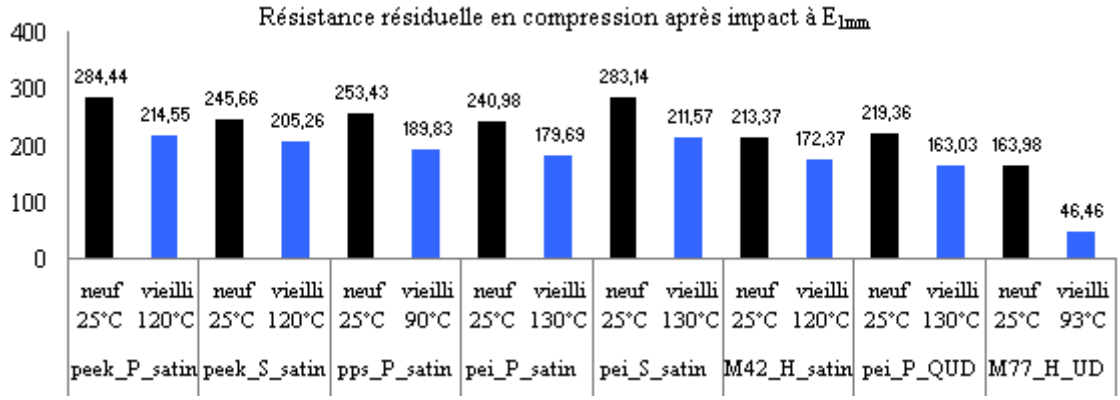


Figure III. 37. Influence des conditions sévères sur la résistance résiduelle en compression après impact des matériaux avec une indentation de 1mm de profondeur : En noir, état vieilli et essai à 25°C ; en bleu, état vieilli et essai en température (90°C, 120°, et 130°C respectivement pour PPS, PEEK et PEI).

Avant de s'intéresser à l'influence des conditions sévères proprement dite, on peut d'abord remarquer que pour une indentation de 1mm de profondeur, les résistances résiduelles avant vieillissement des plaques (valeurs en noir) montrent que les deux stratifiés à matrice époxy sont les plus affaiblis, avec une valeur particulièrement faible pour celui à armure UD (M77_H_UD). De plus, parmi tous les composites à matrices thermoplastiques, celui à armure quasi-UD (pei_P_QUD) est le plus affaibli. Nous avons là

une confirmation supplémentaire du fait que les stratifiés à matrices époxy résistent moins bien aux impacts que leurs homologues à matrices thermoplastiques et que et les Armures UD sont plus vulnérables que les tissés.

Lorsqu'on vieillit les plaques et qu'on les sollicite en température, on note sans surprise des chutes supplémentaires de résistances assez conséquentes, ce qui est logique puisque comme je l'ai évoqué précédemment, le cisaillement de la matrice joue un rôle important en compression et celui-ci est encore plus facilité par l'humidité et la température. Sans surprise, le stratifié M77_H_UD chute de près de 70% supplémentaire, en accord avec le fait que qu'à 93°C sa matrice a presque perdu toute sa consistance. Pour les autres stratifiés, on a des abattements supplémentaires de 25% à l'exception du peek_S_satin qui baisse seulement de 16% et confirme la meilleure tenue de ce dernier aux conditions sévères par rapport aux autres.

Au terme de ces essais de compression après impact, on peut tirer quatre conclusions majeures. Premièrement, la rupture en compression est initiée au point d'impact (et cela même pour les énergies les plus basses) et les mécanismes de rupture sont les mêmes que pour toute éprouvette en compression, sauf que dans ce cas, l'impact est l'initiateur du flambement des fibres/fils/mèches qui déclenche le processus. Deuxièmement, on note que tous les matériaux présentent une décroissance de leurs résistances résiduelles avec l'énergie d'impact ou la profondeur de l'indentation dont la forme/loi est identique, avec un seuil/palier de saturation des effets de l'impact. Troisièmement, les stratifiés à armures UD subissent plus de dommages préjudiciables que les tissés, et les matériaux à matrices époxy paraissent plus vulnérables que ceux à matrices thermoplastiques. Enfin, l'exposition aux conditions sévères (humidité et température) en facilitant le cisaillement de la matrice induit un abattement supplémentaire à celui résultant de l'impact, avec une meilleure tenue a cet environnement hostile qui se confirme une fois de plus pour les stratifiés du fabricant 'S'.

III.6 Comportement en traction trouée et des assemblages boulonnés

Le comportement mécanique des composites troués est un enjeu majeur dans la mesure où le boulonnage et le rivetage demeurent les procédés privilégiés pour l'intégration et l'assemblage des structures dans l'aéronautique. En effet, malgré de nombreuses alternatives d'assemblage telles que le collage et le soudage laser qui ont connu des progrès technologiques considérables ces dernières années, l'utilisation des boulons garde un avantage de poids, à savoir la facilité de maintenance et de recyclage des pièces qu'elle permet. Il se trouve que les autorités aéronautiques préconisent le démontage complet des appareils tous les cinq ans pour vérifications et maintenance. On s'imagine bien qu'avec des procédés de type collage ou soudage, la tache serait beaucoup plus ardue et surtout, on perdrait beaucoup de pièces puisque ces méthodes d'assemblage sont irréversibles.

Par ailleurs, l'option généralement choisie pour la réalisation des trous (pour rivets, boulons, structures alvéolaires) sur les composites à fibres continues est le perçage/usinage après moulage. Cela augmente non seulement les risques d'endommagement, mais aussi des coûts supplémentaires de traitement de surface des bords libres qui sont parfois nécessaires. C'est la raison pour laquelle dans cette thèse, un procédé de poinçonnage des trous au cours du moulage a été mis en œuvre afin d'obtenir un meilleur état

de surface des trous et réduire les coûts d'usinage et autres traitements de surface. Cependant, réaliser des trous à chaud n'est pas une opération aisée à cause d'une part du caractère visqueux de la matrice à haute température, et d'autre part à cause de la difficulté à assurer une bonne répartition des fibres autour du trou, répartition dont dépend la tenue mécanique finale des assemblages et des structures alvéolaires. Dans cette partie, nous allons mettre en regard le comportement mécanique en traction trouée et des assemblages boulonnés obtenu sur les éprouvettes à trous poinçonnés à chaud, avec celui mesuré sur les éprouvettes percées à froid. C'est ainsi que nous pourrons mettre en évidence les apports et les faiblesses de l'un et l'autre procédé.

III.6.1 Comportement mécanique des assemblages boulonnés

III.6.1.1 Description des moyens d'essai

L'essai mis en œuvre vise à tester la résistance au matage d'un trou soumis à un effort de compression appliqué sur sa surface libre au moyen d'un boulon. Cet essai est souvent désigné par abus sous l'appellation « essai de matage » pourtant, le matage en mécanique désigne tout simplement une déformation plastique localisée ou un écrasement sous l'effet d'une pression élevée. Un tel endommagement au niveau des joints boulonnés (qui sont souvent des lieux de transit d'efforts importants) est souhaitable dans la mesure où il conduit à une ruine ductile de la liaison, laissant ainsi le temps pour réparer et éviter une catastrophe. Deux types de configurations sont généralement utilisés pour caractériser les assemblages boulonnés. Il s'agit des configurations dites de simple recouvrement et de double recouvrement, toutes deux schématisées à la figure III.38.

La configuration de simple recouvrement est celle qui correspond le plus aux cas réels. Cependant, elle présente des difficultés de mise en œuvre, notamment à cause des différentes flexions de l'assemblage associées au moment de flexion extérieur, à l'excentricité de la charge, au jeu boulon trou et aux déplacements hors plan qui sont libres de se produire et qui accentuent encore plus les flexions [Aucher,2009]. Tout cela rend délicat le dépouillement des résultats issus de cette configuration qui sont susceptibles d'être entachés par ses nombreuses sources d'erreurs possibles.

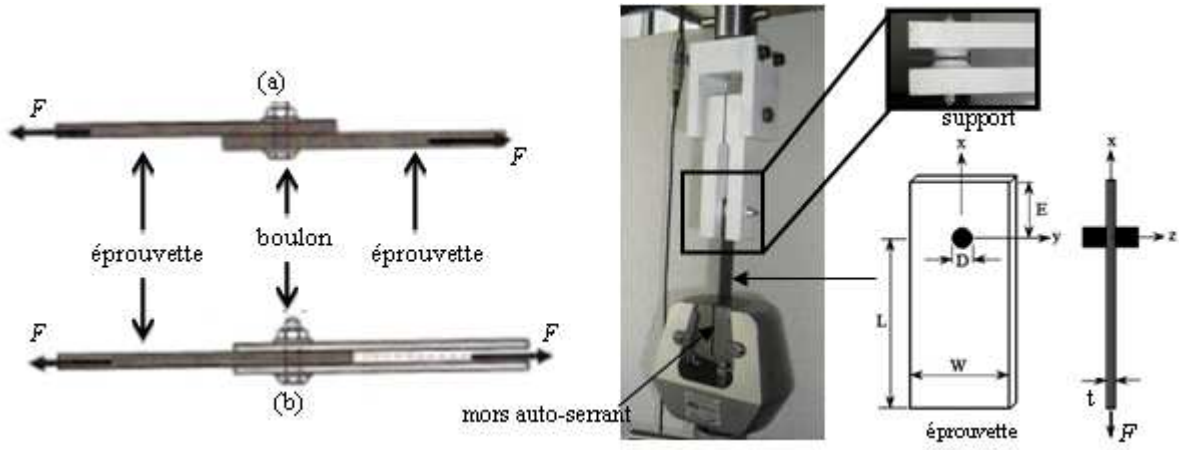


Figure III. 38. A gauche, schémas simplifiés des configurations d'essais en simple (a) et double(b) recouvrement ; à droite, système d'amarrage utilisé pour l'essai en double recouvrement

Dans le cadre de notre thèse, c'est la configuration en double recouvrement qui a été retenue, suivant les recommandations de la norme ASTM D5961. Les dimensions des éprouvettes doivent obéir à des facteurs de forme bien précis si on souhaite obtenir une rupture en matage et éviter des ruptures catastrophiques du type traction ou clivage. En effet, de nombreuses études ont été menées sur l'influence des paramètres géométriques (W /D, E/D, et t/D figure III.38), de la séquence d'empilement et du couple de serrage du boulon sur la rupture des assemblages boulonnés [Park, 2001], [Okutan, 2002]. Il en ressort que de façon générale, l'augmentation des facteurs de forme géométriques (W /D, E/D, et t/D) de l'éprouvette favorise le matage et que ceux-ci présentent des valeurs critiques minimales (qui varient selon la séquence d'empilement) pour obtenir ce mode de rupture. Il en ressort également que l'épaisseur du stratifié (le paramètre t/D) et la séquence d'empilement sont les paramètres qui ont le plus d'impact sur la rupture des liaisons en mode matage ou non. Park [Park, 2001] par exemple a montré que dans les stratifiés croisés et quasi-isotropes, il est préférable de placer les plis orientés à 90° en surface et que l'augmentation du couple de serrage permettait de ralentir la propagation du délaminage et donc la rupture finale. Les facteurs W/D et E/D préconisés par la norme valent respectivement 6 et 4. Le facteur t/D (où t est l'épaisseur) doit être compris entre 0,5 et 0,84, et le couple de serrage quant à lui doit varier entre 2,2N.m et 3N.m. Avec un diamètre de trou fixé à 4mm, on déduit les dimensions des éprouvettes données au tableau III.1. La configuration en double recouvrement n'est peut être pas la plus représentative des joints réels mais, elle a l'avantage de simuler un état de matage quasi-pur.

La figure III.38 montre également notre système d'amarrage pour les essais en double recouvrement. Le support et le boulon sont en acier. On peut également remarquer que le support est muni de deux bossages circulaires et lisses de 24mm de diamètre qui sont en contact direct avec l'éprouvette. Les mors auto-serrants de la machine de traction INSTRON agrippent la partie inférieure de l'éprouvette et la tire vers le bas à une vitesse de déplacement imposée (1mm/min). La cellule de charge mesure la force de compression F du boulon sur la face supérieure du trou et l'électronique de la machine enregistre automatiquement le déplacement imposé. La contrainte appliquée sur le trou est approximée au moyen de la formule (III-27), où D et t sont respectivement le diamètre du trou et l'épaisseur de l'éprouvette

$$\sigma_{11} = \frac{F}{D \cdot t} \qquad \text{(III-27)}$$

III.6.1.2 Résultats et analyses

III.6.1.2.1 Comportement à l'état sain

La figure III.39 illustre des exemples des quatre types de stratifiés sollicités ainsi que les définitions des principales propriétés déduites des courbes de chargement. Sur les éprouvettes, on voit clairement au niveau des faces supérieures des trous, ces écrasements caractérisés par une augmentation d'épaisseur dans la zone matée. Le matériau étant sollicité en compression, les mécanismes d'endommagement seront à peu près similaires à ceux décrits lors des essais de compression, où le flambement des fibres était le déclencheur de la ruine du matériau. La seule différence est que dans le cas du matage, la charge est très localisée et n'est pas uniformément répartie sur toute la zone de contact, ce qui conduit beaucoup plus à un écrasement au niveau de la surface de contact qu'à une rupture classique en cisaillement. Cependant, le flambement des fibres lors du chargement reste le déclencheur de la ruine finale de la liaison.

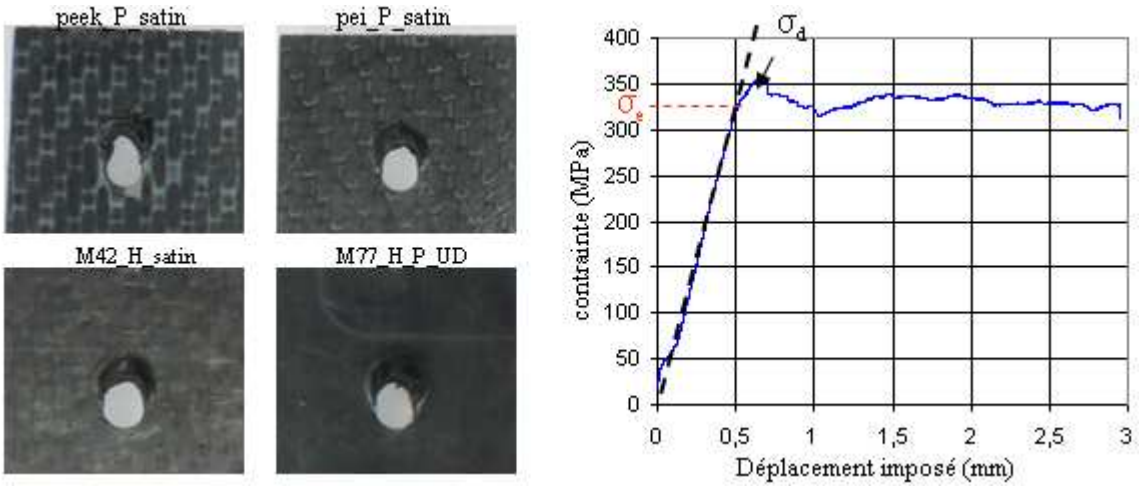


Figure III. 39. A gauche, exemple de trous matés des quatre types de stratifiés testés en configuration double recouvrement ; à droite, propriétés déduites des courbes de chargement.

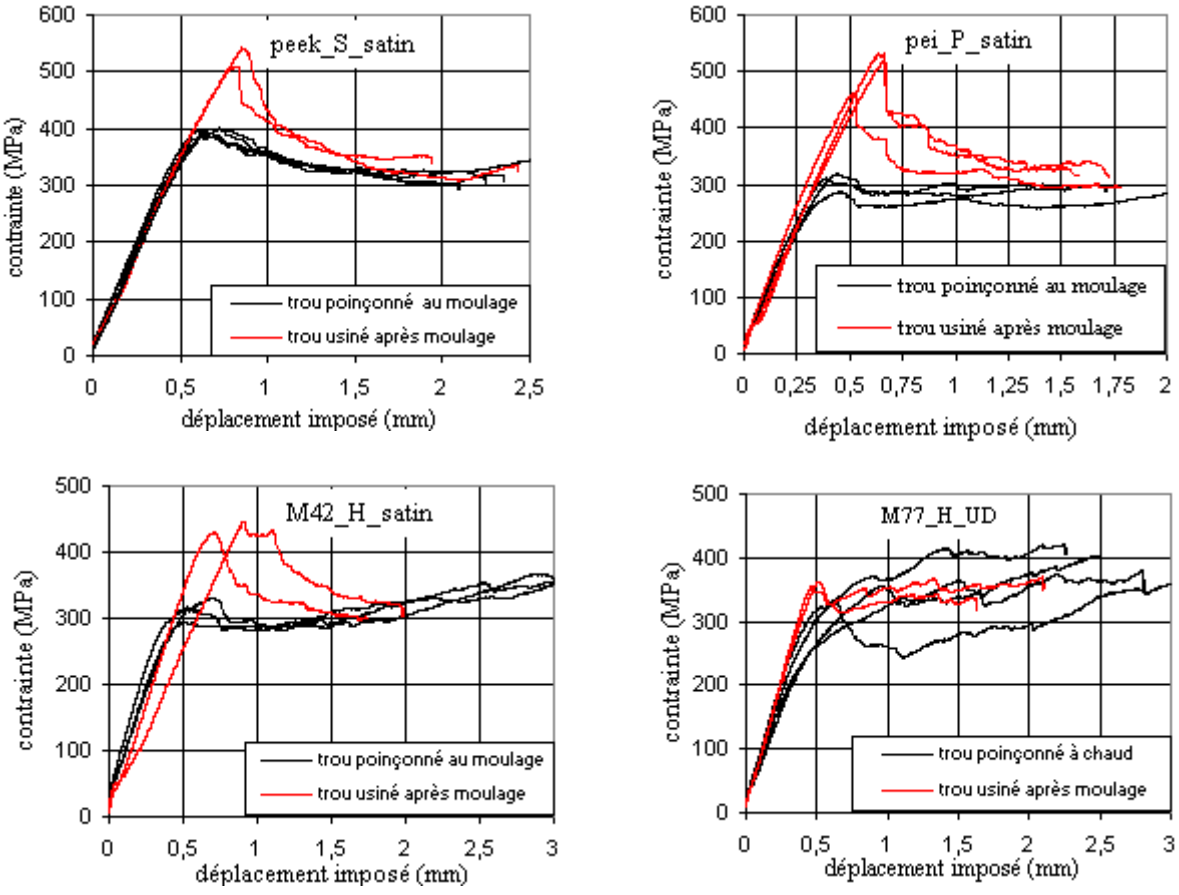


Figure III. 40. Courbes de matage des stratifiés toués à chaud et à froid et sollicités à l'état sain et à 23°C.

D'un point de vue quantitatif, nous nous intéresserons aux deux grandeurs les plus utiles pour les dimensionnements : la première est la limite élastique du joint σ_e, qui correspond à la contrainte maximale en deçà de laquelle il garde sont intégrité physique et mécanique. C'est-à-dire que le trou ne subit pas de variation dimensionnelle permanente et que le matériau autour du trou garde les mêmes propriétés qu'avant le chargement. Cette limite élastique marque aussi le début des non linéarités (déformation plastique, micro-flambements des fibres, fissuration de la matrice dans la zone de contact boulon/trou) conduisant à la perte de rigidité de la liaison. La seconde grandeur est la contrainte dite de premier endommagement significatif σ_d, qui correspond à la première chute sensible de la contrainte, signe d'un premier écrasement. Cette première chute marque la rupture des fils/torons de premier ordre. La charge va alors être reprise par les fils/mèches de second ordre, puis de troisième ordre et ainsi de suite, d'où la possibilité de voir la charge recommencer à augmenter après ces chutes successives. Les courbes de matage des quatre types de matériaux testés sont illustrées à la figure III.40 et les valeurs des propriétés qu'on en déduit sont résumées au tableau III.5.

Lorsqu'on observe les courbes de la figure III.40, on constate que pour tous les matériaux, les trous percés après moulage ont un comportement quasiment élastique jusqu'à la première chute de contrainte et que cette chute est beaucoup plus catastrophique que celle des trous poinçonnés à chaud. On constate également que les trous percés après moulage ont globalement des résistances au matage nettement plus élevées que ceux faits à chaud avec un écart maximal atteignant 40%, notamment pour le stratifié pei_P_satin. Par ailleurs, on note des différences de comportement entre les matériaux à armure tissées et celui à armure UD :

	peek_P_satin		peek_S_satin		pei_P_satin		M42_H_satin		M77_H_UD	
	à chaud	à froid	à chaud	à froid	à chaud	à froid	à chaud	à froid	à chaud	à froid
σ_e(MPa)	317,00	440,00	325,00	470,00	271,66	429,00	271	405,33	223	330,00
σ_d(MPa)	358,65	472,29	394,60	526,00	305,08	504,19	314,00	417,67	347,50	365,75

Tableau III.5. Résumé des propriétés en matage de tous les stratifiés troués à chaud (au moulage) et à froid (après moulage) puis testés en double recouvrement à l'état sain et à 23°C. Dispersion maximale de 10%.

Dans le cas des satins à matrices époxy comme thermoplastiques, les trous poinçonnés à chaud ont un comportement quasi-linéaire jusqu'à leurs contraintes de premier endommagement (σ_e et σ_d sont peu différents) qui sont toutes très inférieures à celles obtenues sur les mêmes stratifiés perforés à froid. Par contre dans le cas de l'UD, on note que les non linéarités des trous poinçonnés au moulage interviennent beaucoup plus tôt (σ_e et σ_d sont très différents) mais contrairement aux tissus, la contrainte de premier endommagement de ces derniers est quasiment égale à celle des trous percés à froid. Ces observations nous suggèrent qu'il y'aurait une influence du type d'armure sur les mécanismes du matage et que les armures tissées seraient mieux pour les assemblages. En effet, le matériau M42_H_satin qui est à matrice époxy comme l'UD M77_H_UD mais avec une armure satin présente des courbes qui se rapprochent beaucoup plus de celles obtenues sur les tissés à matrices thermoplastiques et avec des propriétés bien supérieures à celles de L'UD.

Enfin, si on compare les propriétés obtenues sur tous les stratifiés percés à chaud et résumées au tableau III.5, on constate qu'en terme de tenue élastique et de contraintes de premier endommagement, les deux matériaux à matrice PEEK sont les meilleurs avec un avantage quand même pour le celui de fabrication 'S', qui se situe autour de 380MPa pour σ_e et 400 MPa pour σ_d. Le matériau UD apparait comme le plus mauvais avec des valeurs respectives de 225MPa et 350MPa pour σ_e et σ_d. Les deux derniers stratifiés quant à eux sont à peu près équivalents avec environ 275MPa pour σ_e et environ 300MPa pour σ_d. En ce qui concerne les éprouvettes perforées à froid, on constate que tous les matériaux à armures tissées se valent presque, avec des valeurs de σ_e et σ_d comprise entre 423 et 526 MPa, soit des augmentations atteignant 66% par rapport aux cas des trous poinçonnés à chaud. Le stratifié UD quant à lui reste le moins performant avec des valeurs de σ_e et σ_d égales à 350 MPa, soit une augmentation de 55% pour σ_e et quasiment nulle pour σ_d. Afin de comprendre la raison de cette différence significative de comportement entre les trous poinçonnés à chaud et ceux percés à froid, des coupes transversales des trous perforés à chaud ont été réalisées et observées au microscope optique. La figure IIII.41 résume les observations.

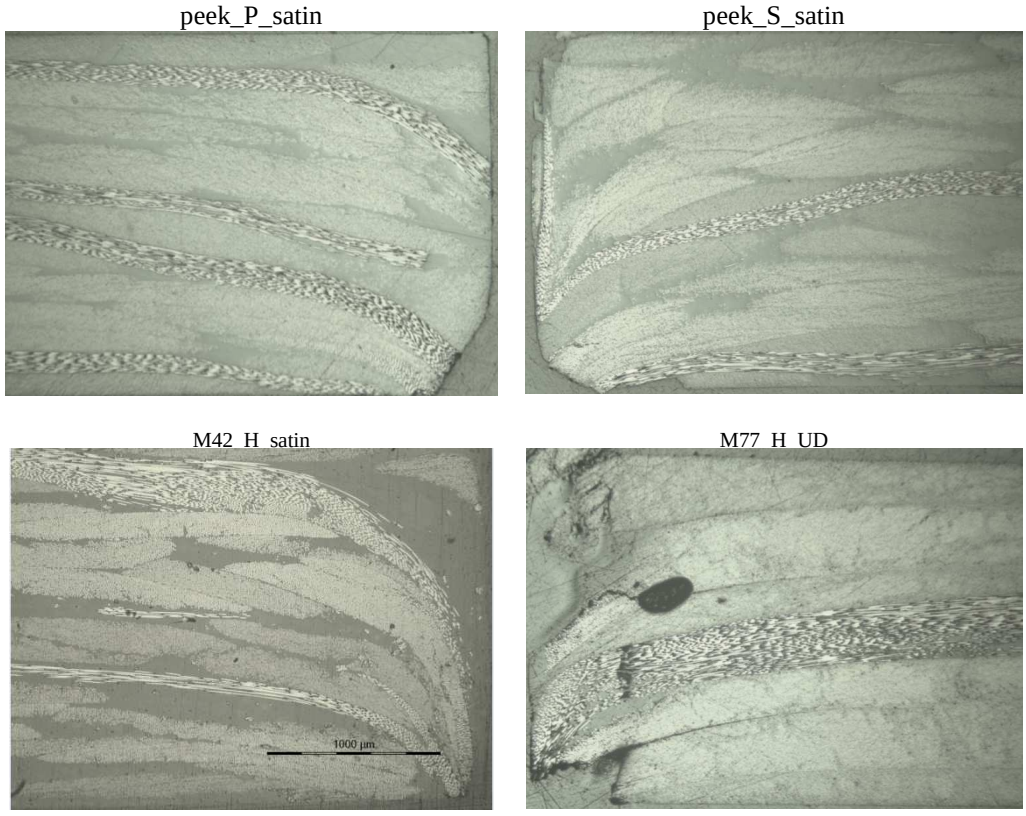


Figure III. 41. Observations au microscope optique des coupes transversales des trous des différents stratifiés poinçonnés au moulage ; le sens de la perforation est du haut vers le bas et les bords du trou sont vers le milieu.

L'analyse de la figure III.41 permet de comprendre finalement les comportements observés. En effet, on peut remarquer que le poinçon entraine les fils/mèches dans la direction de perçage (du haut vers le bas). Ainsi, avant même le chargement, le perçage a déjà induit un flambement des fils/mèches qui du

coup supportent moins bien la charge que des fils/mèches parfaitement alignés dans l'axe de la force. C'est ce qui expliquerait le matage prématuré des éprouvettes percées à chaud par rapport à celles percées à froid. On peut également remarquer que l'amplitude de l'entrainement des fils/torons par le poinçon varie d'un matériau à l'autre. D'après les images, le stratifié M42_H_satin parait de loin le plus sensible à cet effet d'entrainement. Si on suit la logique selon la quelle plus l'entrainement des fils/torons par le poinçon sera important, plus le gap entre les propriétés des trous poinçonnés à chaud et ceux percés à froid sera élevé, alors la microstructure du matériau pei_P_satin (dont nous n'avons pas les images) devrait être proche voire pire que celle du matériau M42_H_satin car il est celui qui présente l'écart le plus élevé entre les éprouvettes trouées à chaud et celles trouées à froid. Le matériau peek_S_satin apparait comme celui dont la microstructure en bordure du trou se rapproche de l'idéal et c'est ce qui pourrait expliquer ses performances supérieures à celles des autres matériaux. Cependant, on remarque que de façon générale, même une très faible amplitude d'entrainement des fils/torons par le poinçon a des conséquences dramatiques sur la résistance au matage car malgré tout, on a un écart minimal de 25% avec les éprouvettes trouées après le moulage, ce qui reste élevé. Des efforts en termes d'optimisation du procédé de poinçonnage à chaud s'imposent afin de réduire cet écart au maximum et pourquoi pas aboutir à des propriétés meilleures pour les trous poinçonnés à chaud.

III.6.1.2.2 Influence des conditions sévères

Comme on pouvait s'y attendre, le vieillissement hygrothermique seul et le couplage vieillissement – température ont des effets très significatifs sur le matage des trous car la sollicitation locale au niveau du trou est de la compression qui comme nous l'avons vu est très influencée par le comportement de la matrice qui elle est très sensible aux environnements hostiles. Cependant, comme le montre la figure III.42 qui donne deux exemples représentatifs des courbes obtenues sur tous les stratifiés testées, on a une grande différence de comportement dans les conditions sévères selon que le trou ait été poinçonné au cours du moulage ou usiné à froid après consolidation.

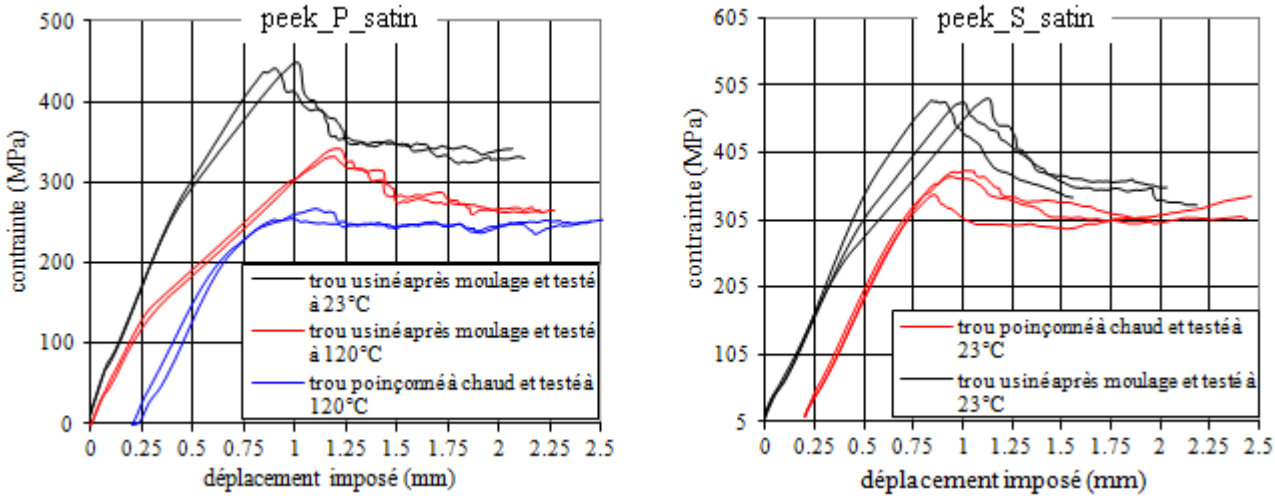


Figure III. 42. courbes de matage des éprouvettes en peek_P_satin et peek_S_satin trouées à chaud et à froid puis vieillies et sollicitées à 23°C et à 120°C.

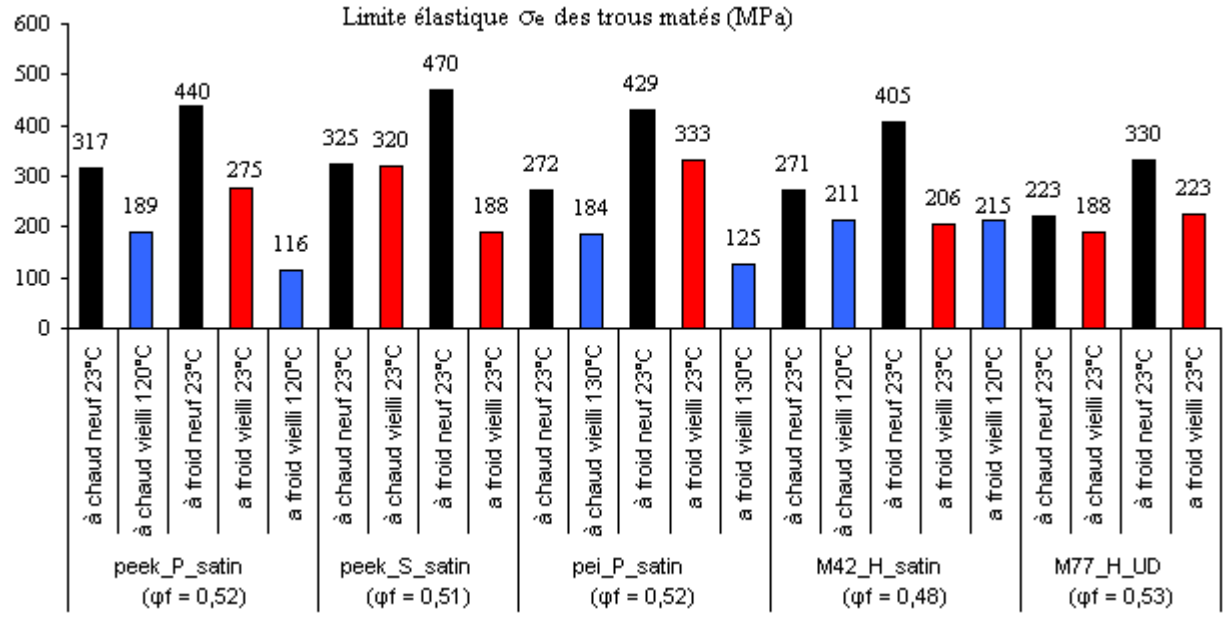


Figure III. 43. influence des conditions sévères sur la limite élastique des trous percés à chaud et à froid et matés à l'état sain et à 23°C (en noir), vieilli et à 23°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 10%.

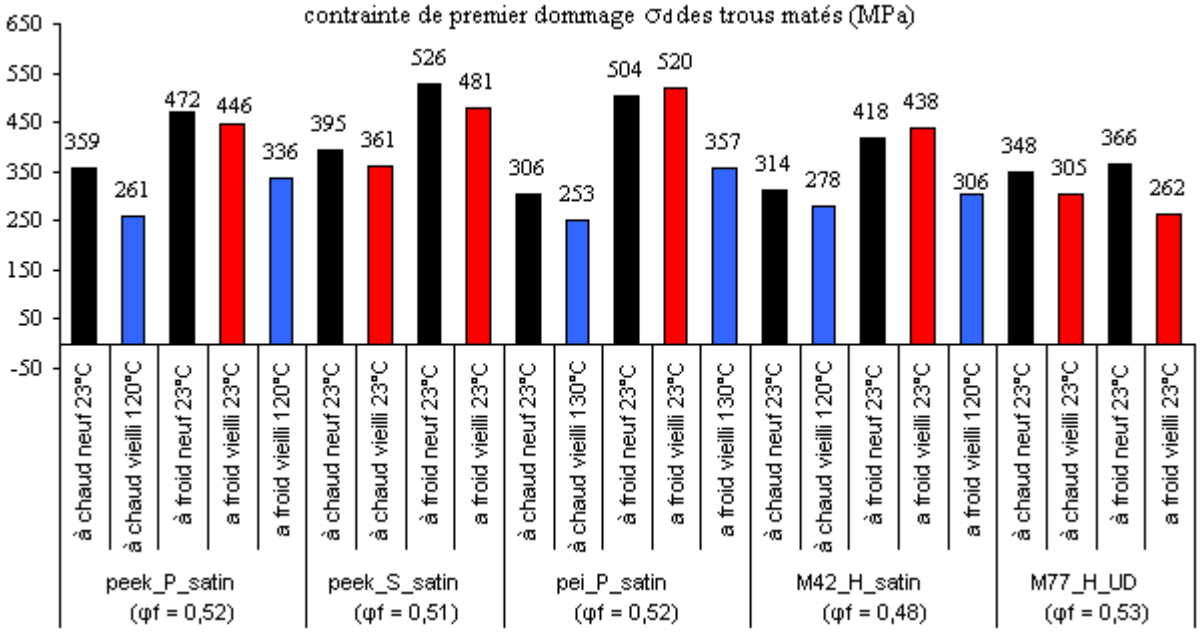


Figure III. 44. influence des conditions sévères sur la contrainte de premier dommage significatif des trous percés à chaud et à froid et matés à l'état sain et à 23°C (en noir), vieilli et à 23°C (en rouge), vieilli et en température (en bleue). φ_f est le taux de fibres ; dispersion maximale de 10%.

En effet, pour tous les stratifiés, la tendance générale qui se dégage c'est que l'allure des courbes dans les conditions sévères des stratifiés troués à chaud est quasi-identique à celle obtenue sur ces derniers à l'état sain. Par contre, les courbes des stratifiés percés à froid et vieillis sont fortement modifiées, avec une plasticité qui se manifeste très longtemps avant la contrainte de premier endommagement majeur σ_d, ce qui n'était pas le cas pour les éprouvettes neuves. La conséquence directe est que dans les conditions sévères, la limite élastique des trous percés à froid devient inférieure à celle des trous poinçonnés à chaud. Il est vrai que les trous usinés à froid gardent néanmoins dans ces conditions sévères une contrainte de premier endommagement plus élevée que celle des trous percés à chaud mais, la limite élastique du trou σ_e sera plus dimensionnante que σ_d. En effet, car la distorsion du trou avant l'atteinte de σ_d est beaucoup trop élevée et il serait plus judicieux de dimensionner en terme de σ_e afin de garder l'intégrité de la liaison. Ainsi, dans les conditions sévères, les trous poinçonnés au moulage semblent reprendre le dessus sur leurs homologues perforés à froid et afin de comparer de façon efficace leurs propriétés respectives dans les différentes conditions de sollicitation, nous avons réalisés avec les valeurs mesurées les histogrammes synthétiques des figures III.43 et III.44.

En ce qui concerne la limite élastique des trous σ_e (figure III.43), on constate que le vieillissement seul provoque des abattements sur les éprouvettes trouées à froid de l'ordre de 38% pour le peek_P_satin, 60% pour le peek_S_satin, 22% pour le pei_P_satin, 49% pour la M42_H_satin et 32% pour la M77_H_UD. Ces chutes sont plutôt très élevées comparées aux abattements d'environ 10% seulement constatés sur les éprouvettes trouées à chaud des stratifiés peek_S_satin et M77_H_UD (les 2 matériaux dont les éprouvettes poinçonnées à chaud et vieillies ont testées à 23°C) dont les limites élastiques finales sont nettement supérieures à celles de leurs homologues troués à froid. De même, lorsqu'on couple vieillissement et température, la chute est encore plus brutale pour les stratifiés percés à froid et leurs limites élastiques sont toutes nettement en dessous des stratifiés poinçonnés à chaud à l'exception de la M42_H_satin dont les limites élastiques des éprouvettes trouées à chaud et à froid sont à peu près équivalentes dans ces conditions. Pour ce qui est de la contrainte de premier endommagement σ_d, les tendances montrent que comme à l'état sain, les trous percés à froid gardent l'avantage sur les trous poinçonnés à chaud et ce quelque soient les conditions de sollicitation. De plus on constate les abattements entre trous à chaud et trous à froid sont du même ordre de grandeur pour un même matériau. Cependant, pour les raisons évoquées au paragraphe précédent, la limite élastique est le paramètre le plus pertinent et la question qu'on pourrait se poser c'est qu'est ce qui explique le fait que les trous poinçonnés à chaud sont finalement meilleurs que ceux percés à froid dans les conditions sévères.

Si on regarde à nouveau les micrographies de la figure III.41, on se rend compte que la microstructure des trous percés au cours du moulage leur donnait un désavantage par rapport à ceux percés après moulage et il ne faudrait pas chercher de ce côté là pour expliquer leur meilleure tenue dans les conditions sévères. L'explication la plus plausible que nous pouvons avancer réside dans l'état de surface des trous poinçonnés à chaud. En effet, nous pensons que le fait de percer le stratifié à chaud rend les bords libres du trou extrêmement lisses et imperméables à l'humidité contrairement aux trous percés après le moulage qui absorbent beaucoup plus d'humidité dont l'effet plastifiant sur les matrices va provoquer une plastification plus rapide du trou. Ainsi, lors du vieillissement hygrothermique, l'état de la matrice en bordure des trous poinçonnés au cours du moulage n'est presque pas affecté et c'est ce qui explique que le vieillissement est presque sans effet sur ses propriétés. Cette hypothèse devait être confirmée par des

analyses microstructurales et physico-chimiques des matériaux en bordure immédiate des trous vieillis si le temps le permettait. Cependant, nous pensons que celle-ci est la plus probable.

III.6.2 Comportement mécanique en traction trouée

Le comportement mécanique en traction trouée est une autre donnée importante pour le dimensionnement des assemblages et des structures alvéolaires. En effet, la simple présence d'un trou, qu'il soit habité ou non a des conséquences sur les propriétés initiales du matériau dont il faudrait tenir compte. À l'instar d'une fissure, la présence d'un trou entraine des concentrations de contraintes (des surcontraintes) et la modification de l'état des contraintes qui passe de 2D à 3D. Le voisinage des trous est donc un endroit privilégié pour l'initiation des endommagements qui conduisent à la rupture prématurée des structures trouées par rapport aux structures lisses. L'ampleur de l'abattement de la résistance mécanique dû à la présence de trous dépendra au final de la capacité/efficacité des différents stratifiés à accommoder ces surcontraintes.

Comme dans le cas du comportement des assemblages boulonnés, deux types d'éprouvettes sont testées, à savoir les éprouvettes dont les trous ont été poinçonnés à chaud, et celles perforées à froid (après le moulage). Nous allons mettre en regard leurs résultats afin de voir si le fait de poinçonner les trous au moulage a un apport bénéfique ou pas. Les dimensions des éprouvettes sont données au tableau III.1. La principale contrainte géométrique concerne leur largeur qui doit être suffisamment grande pour éviter le recouvrement/superposition des zones de singularité de contraintes issues des bords du trou et des bords externes de l'éprouvette. Les calculs montrent en général que pour un matériau orthotrope, une largeur d'éprouvette supérieure ou égale à trois fois le diamètre du trou permet de remédier à ce problème. Avec une largeur égale à six fois leur diamètre, nos éprouvettes sont donc dans les normes. Cet essai concerne les tous les matériaux testés précédemment en assemblage boulonnés) à l'exception de celui à armure UD (M77_H_UD). De plus dans ces essais, les trous seront laissés libres/inhabités. Ce dernier détail n'est pas anodin car Vautey [Vautey, 1993] dans ses travaux de thèse a montré que si la présence d'un boulon dans le trou n'avait quasiment aucune influence sur le comportement en traction trouée des stratifiés à matrices PEEK, elle induisait une chute supplémentaire de 12% de la résistance mécanique dans le cas des carbone/époxy. Les résultats que nous présenterons dans la suite pourront donc être étendus aux trous habité dans le cas des matériaux à matrice TP (PEEK et PEI) mais ne seront pas valables dans le cas du stratifié M42_H_satin qui est à matrice époxy.

III.6.2.1 Description des moyens d'essai

L'objectif de cet essai est double : d'une part, il vise à mesurer la contrainte à rupture en traction trouée, qui nous servira à évaluer l'abattement lié à la présence du trou. D'autre part, il est question de mesurer le champ de déformation au voisinage du trou afin de comparer les mécanismes qui conduisent à la ruine des deux types d'éprouvettes (trouées à chaud et trouées à froid). Pour le premier objectif, la cellule de charge de la machine de traction permet la mesure de la force et la déduction de la contrainte à rupture qui est donnée par le rapport de la force à rupture par la section résistante (largeur de l'éprouvette diminuée du diamètre du trou). Concernant le second objectif, il est clair que si nous voulons avoir une

vue globale du champ de déformation autour du trou, les méthodes classiques d'extensométrie telles que les capteurs et les jauges de déformation ne seront pas efficaces. En effet, autour des trous, le champ de déformation est très hétérogène, ce d'autant plus qu'on a affaire à des matériaux anisotropes. Nous avons opté pour la méthode de mesure de champ de déformation par corrélation d'images dont le dispositif est schématisé à la figure III.42.

Figure III. 45. Dispositif expérimentale de traction sur éprouvette trouée et exemple de faciès de rupture.

Cette méthode est mise en œuvre sur des éprouvettes planes trouées dont on recouvre la zone d'intérêt d'un marquage artificiel par projection d'un mouchetis de peintures noire et blanche sur la surface du matériau à l'aide d'une bombe à peinture. Lors de l'essai, on filme une zone d'intérêt autour du trou de dimensions 30x24mm à l'aide d'un appareil photo NIKON de 18 mégapixels de résolution et placé à environ 5 cm de l'éprouvette. A l'aide du logiciel d'acquisition, on peut régler la fréquence d'acquisition (typiquement une image par période de cinq secondes dans notre cas) et on s'arrange également pour synchroniser les acquisitions de la caméra et celles de la cellule de charge afin de pouvoir affecter à chaque état de chargement le champ de déformation correspondant. Sur la figure III.42, est également représenté un exemple de faciès de rupture sur le quel on peut voir le mouchetis réalisé et surtout remarquer que les éprouvettes cassent sans surprise dans le plan de section résistante minimale. A la fin de l'essai, on isole toute la séquence d'images comprise entre l'image acquise avant toute sollicitation et celle prise juste avant la rupture puis on passe à l'analyse par corrélation d'images.

Le logiciel de corrélation d'images utilisé est le logiciel correli, qui a été développé au LMT de l'ENS de Cachan par François Hild et qui existe aujourd'hui en deux versions, à savoir la version initiale 2D et la version Q4 plus récente que nous avons utilisée. L'algorithme de corrélation va chercher à retrouver un motif du mouchetis défini par plusieurs pixels en différents niveaux de gris, entre l'image du matériau non déformé (référence) et son image déformée dans le but d'évaluer le champ de déplacement correspondant. Le principe de cette méthode illustrée à la figure III.43 s'appuie sur l'évolution d'une grille virtuelle définie sur l'image de référence et dont la taille de maille (Npixels x Npixels) est choisie par l'utilisateur en fonction de la précision recherchée et de la finesse de son mouchetis. Par exemple, si l'on dispose de deux images 1 et 2 montrant la même zone d'intérêt d'une éprouvette de traction à deux

instants différents, et si l'on subdivise ces zones en sous-fenêtres (mailles), on peut, pour chaque couple correspondant de sous-fenêtres, déterminer le déplacement de la sous-fenêtre de l'image 2 par rapport à la sous-fenêtre correspondante sur l'image 1. Pour cela, un algorithme de corrélation recherche le motif (un ensemble de pixels affectés de niveaux de gris différents les uns de autres) défini sur l'image1, dans l'image 2. Une fois le motif (la maille) retrouvé sur l'image 2 avec la tolérance définie, le programme détermine le déplacement du barycentre géométrique du motif de l'image 2 par rapport à celui de l'image 1. Cette opération est répétée pour toutes les sous-fenêtres composant l'image, et ce pour chaque couple d'images (référence et déformée). Cette méthode est décrite plus en profondeur et avec tous les détails techniques par [Lagattu *et al*, 2004] et [Besnard *et al*, 2006].

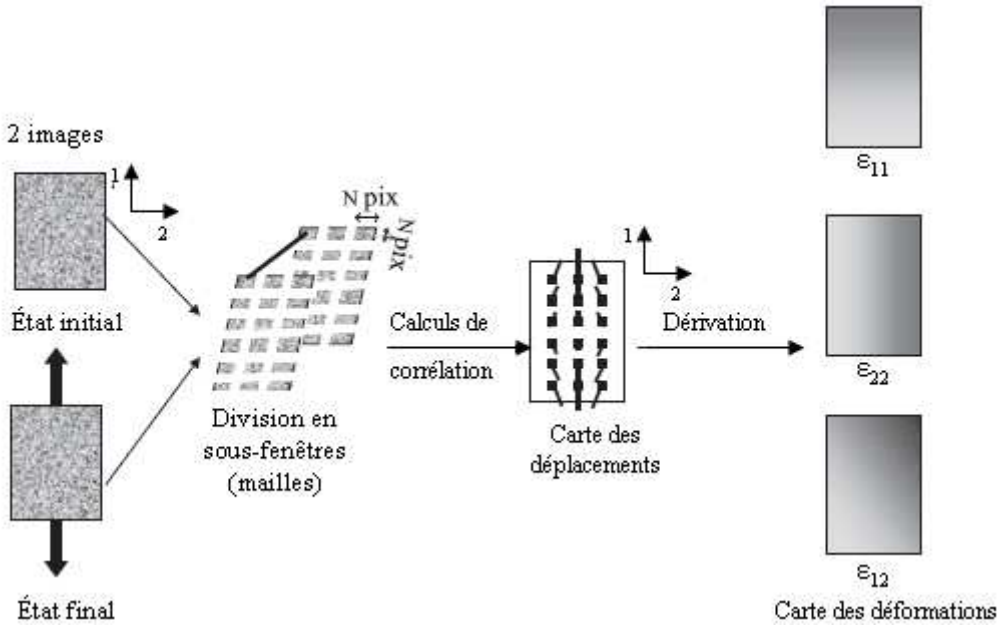


Figure III. 46. Principe du calcul des champs de déformation par corrélation d'images [Lagattu *et al*, 2004]

A partir du champ de déplacement, on peut remonter au champ de déformation par une simple dérivation. Cependant, il faut rappeler que la précision des résultats est tributaire de la qualité des images numériques et de la finesse mouchetis. Enfin pour les essais en température après vieillissement, la procédure est la même mais avec la difficulté supplémentaire de devoir faire les photos à travers le hublot de l'étuve. Pour ces essais en température, Seuls les deux stratifiés peek_P_satin et M42_H_satin seront concernés. Comme pour la plupart des précédents essais, un temps d'homogénéisation de la température de trois à quatre minutes sera laissé avant le lancement des essais.

III.6.2.2 Résultats et analyses

III.6.2.2.1 Comportement à l'état sain

Afin de pouvoir juger de l'abattement de résistance dû à la concentration de contraintes autour du trou, des essais de traction sur éprouvettes lisses (non trouées et à séquence d'empilement quasi-isotrope comme les trouées) ont été réalisés sur les matériaux peek_P_satin et M42_H_satin qui sont les seuls pour

les quels nous disposions d'éprouvettes. Les résultats consignés au tableau III.6 montrent que les modules longitudinaux (E_1) et les coefficients de Poisson (ν_{12}) obtenus sur ces matériaux sont en accord avec la théorie classique des stratifiés. Cela est une confirmation de la bonne qualité des mesures des propriétés élémentaires des plis de ces matériaux.

	peek_P_satin		M42_H_satin		peek_S_satin	pei_P_satin
	expérimental	théorique	expérimental	théorique	théorique	théorique
E_1 (GPa)	45,17	41,79	40,23	38.82	41,58	43,96
ν_{12}	0,32	0,31	0,46	0.33	0,31	0,32
$Xt_{stratifié}$ (MPa)	579,88	557,47	521,98	484,05	437,77	542,29

Tableau III.6. Résumé des propriétés en traction lisse des stratifiés quasi-isotropes.

Pour les autres matériaux dont nous ne disposions pas d'éprouvettes lisses (non trouées) à savoir le peek_S_satin et le pei_P_satin, les résistances mécaniques ($Xt_{stratifié}$) en traction lisse sont approximées au moyen de la relation III-28, où $Xt_{0°}$, $Xt_{45°}$ et $Xt_{90°}$ représentent les résistances mécaniques en traction longitudinale des stratifiés orientés respectivement à 0°,45°, 90°, et dont les valeurs ont été mesurées lors des essais précédents. Le pourcentage (%) de plis dans une direction/orientation est calculé comme le rapport de la somme des épaisseurs des plis dans cette direction par l'épaisseur totale du stratifié. Dans le cas des matériaux peek_P_satin et M42_H_satin, l'utilisation de cette expression permet d'approcher à moins de 10% près les valeurs obtenues expérimentalement. Nous sommes dans une marge d'erreur tout à fait acceptable et qui se situe dans l'ordre de grandeur de la dispersion expérimentale observée lors des précédents essais de traction. Nous pouvons donc nous servir de ces résultats avec confiance.

$$Xt_{stratifié} = (\%\, plis\ à\ 0°) \cdot Xt_{0°} + (\%\, plis\ à\ 45°) \cdot Xt_{45°} + (\%\, plis\ à\ 90°) \cdot Xt_{90°} \qquad \text{(III-28)}$$

Les champs de déformation de Green Lagrange issus du logiciel correli sont illustrés aux figures III.44 et III.45, et les valeurs expérimentales des résistances mécaniques obtenues sur les éprouvettes trouées à chaud au cours du moulage et à froid après moulage sont consignées au tableau III.7. Afin de rendre les résultats plus lisibles, nous définissons également deux autres grandeurs. La première est la constante de trou (Ct) qui désigne le rapport entre les résistances mécaniques en tractions trouée et lisse (cf. tableau III.6). La seconde est le coefficient de surdéformation, défini comme le rapport entre la déformation maximale au bord du trou et moyenne loin du trou dans le plan de la section nette (section résistante).

	peek_P_satin		M42_H_satin		peek_S_satin		pei_P_satin
	à chaud	à froid	à chaud	à froid	à chaud	à froid	à chaud
$Xt_{stratifié}$ trouée (MPa)	565,67	460,80	505,44	409,04	465,31	360,45	532,42
Constante de trou (Ct)	0,98	0,79	0,97	0,78	1,00	0,82	0,98
Coefficient de surdéformation	6,30	5,00	2,30	3,70	4,85	/	2,28

Tableau III.7. Tableau comparatif des propriétés obtenues en traction sur éprouvettes trouées à chaud et à froid.

Comme on pouvait s'y attendre, la présence du trou provoque un abattement de la résistance mécanique dont l'ampleur varie suivant les matériaux et suivant que le trou ait été fait à chaud ou à froid. Comme nous l'avons déjà mentionné, l'abattement de la résistance dépendra de l'aptitude pour les différentes éprouvettes à accommoder/relaxer les surcontraintes en bordure des trous et donc à retarder la rupture. Lorsqu'on analyse plus en profondeur ces résultats, on remarque d'emblé que la résistance mécanique des éprouvettes à trous poinçonnés à chaud ne sont presque pas affectées par la présence du trou (2 à 3% d'abattement au maximum), contrairement aux éprouvettes à trous percés au foret à froid qui perdent environ 20% de leur résistance, et ce quelque soit le matériau. Ainsi, malgré l'effet d'entraiment des fils/mèches par le poinçon (cf. figure III.41), les trous percés à chaud semblent donc plus aptes à accommoder/relaxer les surcontraintes que ceux percés à froid. Afin de comprendre les mécanismes qui confèrent cet avantage aux trous poinçonnés à chaud, intéressons nous aux champs de déformations de la figure III.47.

L'observation des images la figure III.47 nous montre sans surprise des surdéformations qui se concentrent autour des trous. Dans le cas du carbone/époxy M42_H_satin, les trous percés à froid présentent des coefficients de surdéformation de l'ordre de 3,7, contre 2,3 seulement pour les trous poinçonnés à chaud qui par ailleurs ont un champ de déformation plus homogène. Par contre dans le cas du carbone/PEEK satin, on a plutôt l'inverse. Les trous percés à froid ont des coefficients de surdéformation d'environ 5, plus faibles que ceux des trous poinçonnés à chaud et qui valent 6,3. Ainsi dans le premier cas, le poinçonnage des trous à chaud permet d'améliorer l'accommodation des surcontraintes par une meilleure répartition autour des trous, tandis que dans le second cas, l'amélioration de l'accommodation se fait par des déformations plus importantes autour des trous. Pour ce qui est du cas des matériaux peek_S_satin et pei_P_satin, l'analyse de leurs champs de déformation de la figure III.48 permet de constater que le premier se rapproche du comportement de son homologue peek_P_satin avec un coefficient de surdéformation d'environ 4,85. Le second stratifié quant à lui présente une carte similaire au M42_H_satin, avec une répartition beaucoup plus homogène des déformations autour du trou et un coefficient de surdéformation quasiment identique à celui de ce dernier (2,28 et 2,30).

De façon générale, on peut conclure que poinçonner les trous à chaud en rendant ses bords lisses (pas de microfissures induites comme dans le cas du perçage à froid) et en augmentant le taux de matrice dans ses bordures, permet soit une meilleure redistribution des surcontraintes autour des trous, soit des déformations plus importantes grâce à la ductilité de la matrice. Ces deux phénomènes concourent tous les deux à retarder l'amorce de la rupture au point d'annihiler presque totalement l'abattement des résistances dû aux concentrations des contraintes. Le procédé de poinçonnage de trous à chaud est un gain important pour les structures alvéolaires dont les coefficients de sécurité pourront être réduits. Finalement avec le procédé de poinçonnage des trous à chaud, on perd en termes de résistance au matage mais, on gagne considérablement en traction trouée et en résistance aux effets de l'humidité, ce qui équilibre les choses et positionne ce procédé comme un bon compromis entre le matage et la traction trouée.

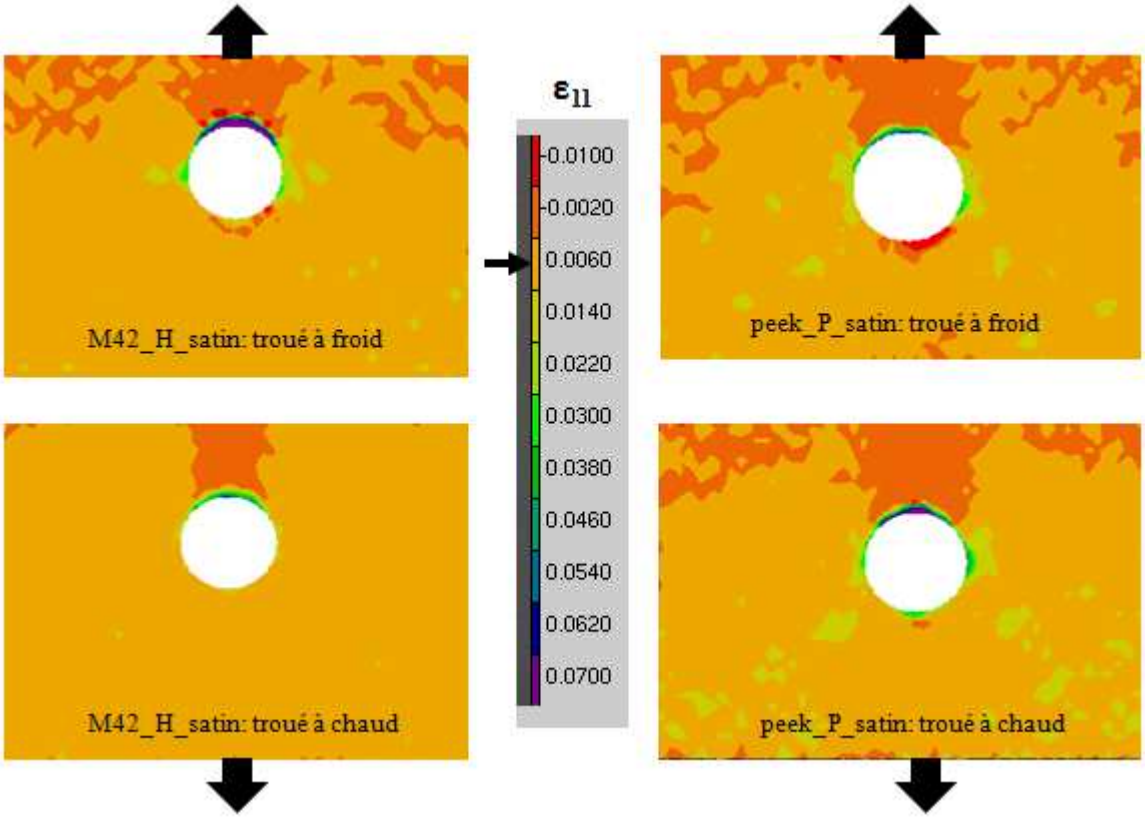


Figure III. 47. Champs de déformations obtenues par corrélation d'images juste avant la rupture des stratifiés M42_H_satin et peek_P_satin troués à chaud et à froid. La taille de maille de la grille virtuelle est de 64x64 pixels^2.

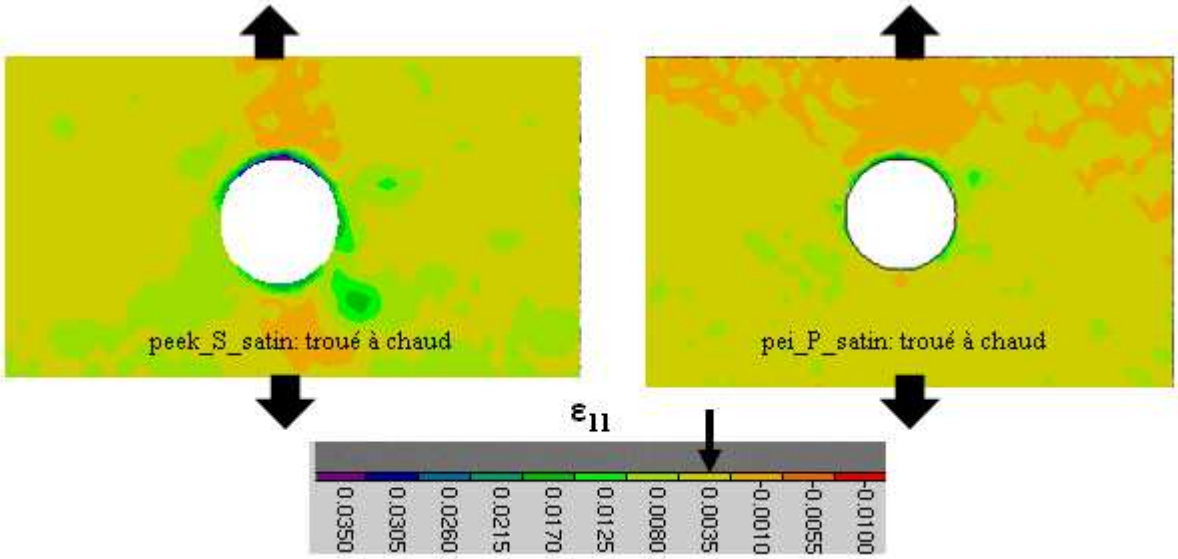


Figure III. 48. Champs de déformations obtenues par corrélation d'images juste sur les stratifiés peek_S_satin et pei_P_satin troués à chaud. La taille de maille de la grille virtuelle est de 64x64 pixels^2.

III.6.2.2.2 Influence des conditions sévères

Faute de temps et d'éprouvettes, nous n'avons pas pu mener l'étude de l'influence d'un environnement sévère sur le comportement en traction trouée comme cela a été le cas pour les éprouvettes saines à 23°C. Nous nous sommes limités juste à des essais de traction simple à 23°C sur éprouvettes vieillies de peek_P_satin et M42_H_satin dont les résultats sont consignés au tableau III.8.

	peek_P_satin		M42_H_satin			
	à froid / sain	à froid /vieilli	à chaud / sain	à chaud / vieilli	à froid/sain	à froid /vieilli
$Xt_{stratifié}$ trouée (MPa)	460,80	466,45	505,44	482,04	409,04	395,80
Constante de trou (Ct)	0,79	0,80	0,97	0,92	0,78	0,76

Tableau III.8. Tableau comparatif des propriétés obtenues en traction trouées à 23°C sur éprouvettes de peek_P_satin et M42_H_satin vieillies jusqu'à saturation.

A l'analyse des résultats du tableau III.8, on constate le vieillissement hygrothermique n'induit pas d'abattement supplémentaire dans le cas des éprouvettes trouées à froid des deux stratifiés et induit un très léger abattement dans le cas du stratifié M42_H_satin poinçonné au moulage. Ces résultats étaient prévisibles dans la mesure où les effets plastifiants des conditions sévères peuvent aider à la relaxation des surcontraintes en bordure des trous et améliorer même la résistance du stratifié troué dans certains cas. Même si les éprouvettes n'ont été sollicitées en température, des études précédentes ([Aucher, 2009], [Vielle et Taleb, 2011], [Vieille *et al*, 2013]) montrent qu'une température élevée aura un effet bénéfique sur la résistance en traction trouée grâce à la ductilité importante qu'elle confère aux matrices.

III.7 Conclusion

Au terme de ce chapitre, plusieurs faits marquants peuvent être relevés. Les résultats montrent dans un premier temps des propriétés mécaniques très honorables à l'état sain, avec des valeurs parfois bien meilleures à celles rencontrées dans la littérature sur des matériaux similaires. Cela prouve l'aptitude du procédé au moulage des composites à hautes performances mécaniques pour des applications aussi exigeantes que l'aéronautique. Ensuite, certains stratifiés comme ceux à matrices PPS et PEEK paraissent plus affectés par le vieillissement hygrothermique que ceux à matrice PEI. Ces derniers par contre apparaissent avec les carbone/époxy M42_H_satin et M77_H_UD comme les matériaux les plus vulnérables à la température car sollicités à des températures pourtant très éloignées de leur Tg, ils présentent des abattements très importants. On note également que la technique d'imprégnation employée par les différents fournisseurs de prepregs aurait une influence sur la tenue mécanique dans ces conditions hostiles. Mais de façon générale, le couplage humidité-température provoque une chute assez dramatique des propriétés hors axe (axe des fibres) des stratifiés. Les essais d'impact quant à eux montrent une loi de décroissance de la contrainte résiduelle avec l'énergie d'impact ou la taille d'empreinte quasi identique pour tous les matériaux, aussi bien à matrices époxy que thermoplastiques. Enfin, les essais de matage et de traction trouée nous montrent d'une part que le fait de poinçonner les trous à chaud réduit leur résistance au matage par rapport aux trous percés à froid lorsqu'ils sont sollicités à l'état sain et

L'ambiante (23°C). Cependant dans les conditions sévères, les trous poinçonnés à chaud semblent reprendre l'avantage sur les trous percés à froid, sans doute grâce à leur état de surface qui empêche la reprise d'humidité au niveau du trou, le préservant ainsi des effets plastifiant du vieillissement sur sa matrice qui résiste du coup beaucoup mieux. D'autre part, ce procédé (poinçonnage des trous à chaud) améliore de façon significative la capacité d'accommodation/relaxation des surcontraintes en bordure des trous. Cela se traduit par des résistances en traction trouée des éprouvettes poinçonnées à chaud quasiment égales à celles obtenues en traction lisse, alors que la résistance des éprouvettes percées à froid chute de 20% environ.par ailleurs, les vieillissement hygrothermique n'engendre pas d'abattement supplémentaire notable, que les trous soient percés à chaud ou non.

S'il est vrai que les résultats finaux obtenus avec ce procédé de thermoformage à très haute pression sont satisfaisants pour les matériaux présentés dans ce chapitre, une véritable étude des interactions entre les différentes matières de base (prepregs) et le procédé a été nécessaire. Le but de cette étude était d'optimiser les paramètres vis-à-vis de chacun de ces prepregs afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques possibles. Cela a permis de révéler que certaines matières étaient plus aptes à ce procédé que d'autres qui ont dû être éliminées. Le prochain chapitre portera donc sur l'étude de ces interactions matières-procédé avant de passer aux deux derniers chapitres de la partie expérimentale. Ceux-ci porteront sur l'étude du comportement non linéaire et la prédiction de l'endommagement/rupture des stratifiés, en particulier la prédiction du délaminage dont l'apparition marque en général le début de l'affaissement du comportement macroscopique des stratifiés.

Bibliographie.

[Adam et Singh, 1997]: R. D. Adam, M. M. Singh. "The dynamic properties of fibre-reinforced polymer exposed to hot, wet conditions". Composites Science and Technology 56, pp. 977-997, 1997.

[Aucher, 2009] : Jérémie Aucher. Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse de Doctorat de l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées de Rouen, 2009.

[Atas et Sayman, 2007]: Atas C., Sayman O. "An overall view on impact response of woven fabric composite plates". Composite structure 82, pp 336 -345, 2008.

[Bassery J., 2011] : Josserand Bassey. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.

[Berthelot, 2005]: J. M. Berthelot. Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005.

[Besnard *et al*, 2006]: G. Besnard *et al*. "Finite-Element Displacement Fields Analysis from Digital Images: Application to Portevin–Le Châtelier Bands". Experimental Mechanics 46, pp 789-803, 2006.

[Bishop, 1985]: S. M. Bishop. "The mechanical performance and impact behaviour of carbon-fibre reinforced PEEK". Composites Science and Technology 23, pp. 295-318, 1985.

[Blassiau *et al*, 2007]: S. Blassiau *et al*. "Three-dimensional analysis of load transfer mico-mechanisms in fibre/matrix composites". Composites Science and Technology 69, pp 33-39, 2009.

[Bonniau et Bunsell , 1981]: Bonniau P., Bunsell A. R. "A Comparative Study of Water Absorption Theories Applied to Glass Epoxy Composites". J. Composite Materials 15, pp. 272-295, 1981.

[Carrega et Coll, 2004] : Marc Carrega et Coll. Matériaux industriels, matériaux polymères. Édition Dunod, 2004.

[Dorey *et al*, 1985]: G. Dorey *et al*. "On the impact performance of carbon fibre laminates with epoxy and PEEK matrices". Composites Science and Technology 23, pp. 221-237, 1985.

[Escale *et al*, 20012] : Escale L. *et al*. "Comparison of the impact resistances of carbon/epoxy and carbon/PEEK composite laminates". Proceeding of 15th European Conference on Composite Materials (ECCM15), Venice-Italy 24-28 June 2012.

[Fujihara *et al*, 2004] : K. Fujihara *et al*. "Influence of processing conditions on bending property of continious carbon fiber reinforced PEEK composites". Composites Science and Tachnology 64, pp. 2525-2534, 2004.

[Grape et Gupta, 1998]: J. A. Grape, V. Gupta. "The effect of temperature on the strenght and failure mechanism of a woven carbon/polyimide laminates under compression". Mechanics of Materials 30, pp. 165-180, 1998.

[Haque et Jeelani, 1992] : A. Haque, S. Jeelani. "Environmental effects on the compressive: properties. Thermosetting vs. Thermoplastic Composites". J. reinforced plastics and composites 1, pp. 146 -157, 1992.

[KIM et Sham, 1999] : Jang-Kyo Kim, Man-Lung Sham. "Impact and delamination failure of woven-fabric composites". Composites Science and Tachnology 60, pp. 745-761, 2000.

[Krawczak] : Patricia Krawczak. Essais des plastiques renforcés. Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, Doc AM 5 405, pp. 18.

[Lagattu *et al*, 2004]: Fabienne Lagattu *et al*. "High strain gradient measurements by using digital image correlation technique". Materials Characterization 53, pp 17-28, 2004.

[Leicy et HOGG, 1989] : D. Leicy, P. J. Hogg. "The effect of crystallinity on the impact properties of advanced thermoplastic composites". Proceedings of the 3rd European Conference on Composite Materials (ECCM3), pp. 809 – 815, Bordeaux – France 20-23 March 1989.

[Loriot et Cardamone, 1988]: G. Loriot., J.-C. Cardamone. "Essais de choc instrumentés sur composites renforcées de fibres de carbone". 6ème Journée nationale des composites, Paris 1988.

[Mercier *et al*, 2008] : Julien Mercier *et al*. 'Characterisation and modelling of aging of composites'. Composites part A 39, pp. 428-438, 2008.

[Okutan, 2002]: B. Okutan. "The effect of geometric parameters on failure strenght for pin-loaded multi-directional fiber-glass reinforced epoxy laminate". Composites part B 33, pp 567-578, 2002.

[Park, 2001]: Heung-Joon Park. "effects of stacking sequence and clamping force on the bearing strengths of mechanically fastened joints in composite laminates". Composite Structures 53, pp 213-221, 2001.

[Renard *et al*, 2005] : Jacques Renard *et al*. Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère. Hermès, 2005.

[Siva *et al*, 2009]: P. Pilli Siva *et al*. "A novel accelerated moisture absorption test and characterization". Composite part A 40, pp. 1501-1505, 2009.

[Vautey, 1993] : P. Vautey. Bilan des composites carbone/thermoplastiques pour l'aéronautique. Thèse de Doctorat de l'Université Technologique de Compiègne, 1993.

[Verdeau, 1988] : Caroline Verdeau. Influence des conditions d'élaboration sur la zone interfaciale des matériaux composites hautes performances à matrice thermoplastique. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris,1988.

[Vieille et al, 2013]: Vielle B. et al., “Overstress accommodation in notched woven-ply thermoplastic laminates at high-temperature: Numerical modeling and validation by Digital Image Correlation”. Composites Part B 45, pp 290-302, 2013.

[Vieille et Taleb, 2011]: Vielle B., Taleb L., “About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates: notched and unnotched laminates”. Composites Science and Technology 71, pp 998-1007, 2011.

[Yang et Cantwell, 2010]: F. J. Yang, W. J. Cantwell. “Impact damage initiation in composite materials”. Composites Science and Technology 70, pp. 336-342, 2010.

Chapitre IV :
Etude des interactions entre le procédé de moulage par compression et les propriétés des stratifiés.

RESUME : *Ce chapitre porte sur l'étude des interactions entre le procédé de mise en forme utilisé et les propriétés mécaniques des matériaux obtenus, afin de dégager une description générale du type de matières premières se prêtant le mieux à ce procédé. Les principaux paramètres mis en regard avec les résultats des caractérisations mécaniques des matériaux moulés sont les paramètres matières tels que l'armure et la nature des constituants, et les paramètres de moulage qui sont tous liés aux cycles de température et de pression. Nous arrivons à la conclusion que les matières les plus adéquates à ce procédé sont celles dont l'armure est proche d'un tissu et dont la matrice n'est ni trop fluide ni trop visqueuse ceci afin d'imprégner toutes les fibres sans pour autant trop essorer le matériau lors de la pressurisation. On met également en évidence l'importance capitale de l'introduction des paliers intermédiaire d'homogénéisation dans les cycles de température et de pression afin d'obtenir des matériaux aux propriétés homogènes et réduire les contraintes résiduelles*

IV.1 Introduction 85
IV.2 Les matières, le procédé et leurs paramètres pertinents 86
IV.2.1 Les matières de base et leurs paramètres 86
IV.2.2 Le procédé et ses paramètres 88
IV.3 Les caractérisations 91
IV.4 Résultats et analyses 91
IV.4.1 Influence de l'armure des prépregs 92
IV.4.2 Influence de la nature craquée des fibres 96
IV.4.3 Influence des paliers intermédiaires de température et de pression 97
IV.4.4 Influence de la pression de consolidation 99
IV.4.5 Influence des la vitesse de refroidissement 100
IV.5 Conclusion 105

IV.1 Introduction

L'un des freins majeurs à une utilisation plus accrue des matériaux composites hautes performances par rapports à leurs homologues métalliques dans le secteur aéronautique est le coût des procédés, coûts liés au temps de mise en forme généralement très long, à la forte consommation d'énergie du fait du chauffage mais aussi à la nécessité de lignes de fabrications nouvelles et spécifiques pour ces matériaux. Il est donc question pour les industriels de trouver le bon procédé c'est-à-dire celui alliant bas coûts (procédés de grandes séries) et haute qualité des matériaux et pièces fabriquées, haute qualité non négociable pour un secteur aussi sensible et exigeant que l'aéronautique. Mais alors, c'est quoi un bon procédé ?

Dans l'absolu, on ne peut pas dire qu'un procédé est bon ou mauvais car il se définit toujours par rapport aux performances des matériaux et pièces fabriqués. De même, on ne peut dire d'un matériau qu'il est bon ou mauvais car ses propriétés sont intimement liées aux paramètres du procédé. Ceci nous conduit à la conclusion logique que ce qui compte ce n'est ni le procédé, ni le matériau pris individuellement mais le couple procédé-matériau. C'est ce couple qu'il faudrait optimiser pour aboutir à de meilleurs résultats. De ce point de vue, d'énormes progrès ont été réalisés ces dernières années dans l'industrie des composites pour l'aéronautique et j'en veux pour preuve le pourcentage de composites dans les avions commerciaux qui atteignent les 50% aujourd'hui contre à peine 10% il y'a 20 ans. Mais le fait est que le travail n'est pas terminé puisque les coûts restent encore nettement supérieures à ceux des métaux, même si une partie de ces coûts est amortie par les gains de masse et environnementaux réalisés.

Ce chapitre s'inscrit donc dans la thématique d'optimisation du procédé de moulage vis-à-vis des composites hautes performances et particulièrement à matrices thermoplastiques thermostables que sont le PEEK, le PPS et le PEI. Ce travail a fait l'objet d'une grande partie des travaux réalisés en début de thèse afin de caler les paramètres procédé adaptés à chacune des matières de base. En guise de rappel, le HPM (hot pressing molding) est un procédé de moulage par compression à chaud par voie sèche et sans apport de résine liquide. Cette technique proche de l'estampage a été décrite en profondeur au premier chapitre. C'est un procédé de grande série dont les matières de base sont des semi-produits ou pré-imprégnés (prépregs dans le jargon composite), qui permettent d'avoir des cadences rapides. Nous nous intéressons en particulier aux matrices thermoplastiques dans ce chapitre parce que pendant longtemps, les recherches et développements pour les composites dans l'aéronautique concernaient presqu'exclusivement les composites carbone/époxy dont on peut dire que la mise en forme est maitrisée et mature aujourd'hui. Les technologies de mise en forme des composites carbone/thermoplastiques accusent donc un retard important par rapport aux carbone/époxy, et il est question d'y remédier car malgré leurs coûts plus élevés, ils offrent quelques avantages très intéressants (par rapport aux carbone/époxy) que nous avons largement évoqués au chapitre introductif. Notre objectif sera donc de trouver des corrélations entre des paramètres clés du procédé (paramètres liés aux caractéristiques intrinsèques des matières de base et aux cycles de température et de pression) et le comportement (aspect physique, microstructure, propriétés physico-chimiques et mécaniques) des matériaux moulés. Nous pourrons ainsi en déduire une description

générale du matériau type qui sied le mieux à ce procédé et si possible, quelques critères généraux de choix des prepregs et des cycles pour obtenir des pièces de bonne qualité moyennant ce procédé.

IV.2 Les matières, le procédé et leurs paramètres pertinents

IV.2.1 Les matières de base et leurs paramètres

Comme nous l'avons mentionné, les matières de base pour le procédé HPM sont les prepregs. Ce sont des feuilles malléables et non collantes constitués de renforts de fibres/fils/mèches de carbone haute ténacité disposés sous forme d'armures unidirectionnel (UD), quasi-unidirectionnels (QUD) ou encore tissu satin et imprégnés de résine/polymère insaturée. Dans notre étude, les fibres de carbone utilisées diffèrent aussi bien par leur nature que par leur mise en forme finale. Les descriptifs des prepregs qui feront l'objet de ce chapitre utilisés au cours de cette thèse sont donnés à l'annexe dans le tableau IV.1 ci-dessous.

Matrice			Renfort		Fabricant du prepreg	Référence produit	Nom du matériau moulé
Type	Fournisseur	Référence	Fibre	Armure			
PEEK	Evonik	Poudre VESTAKEEP	HTA40 3K	Satin 5	P	Pipreg 03106-1250P8553	peek_P_satin
PEEK	Victrex	PEEK	STS40 24K	Satin 5	S	90160P	peek_S_satin
PEEK	Victrex	PEEK	STS40 24K (trame verre)	Quasi-UD(95/5)	S	90161P	peek_S_QUD
PEEK	Cytec	APC2	AS4 3K	UD	C	APC2/34%/AS2	APC2_C_UD
PPS	Ticona	Fortron	HTA40 3K	Satin 5	P	Pipreg 03106-250P3153	pps_P_satin
PPS	Toray	Torcon	STS40 24K (trame verre)	Quasi-UD(95/5)	S	90166P	pps_S_QUD
PEI	SABIC IP	Ultem 1040	HTS40 12K (trame verre)	Quasi UD (90/10)	P	Pi preg 13796-1000P4453	pei_P_QUD
PEI	SABIC IP	Ultem 1040	HTA40 3K	Satin 5	P	Pi Preg 13796-1000P4453	pei_P_satin
PEI	SABIC IP	Ultem 1010	STS40 24K	Satin 5	S	90178P	pei_S_satin

Tableau IV.1. Résumé des différents semi-produits mis en œuvre par le procédé.

Les différents semi-produits résumés dans le tableau IV.1 sont fournis par 3 entreprises qu'on nommera P, S et C pour question de confidentialité. Afin de différencier les stratifiés moulés, ces trois lettres reviennent dans leurs noms simplifiés (dernière colonne du tableau IV.1) qui obéissent aux mêmes principes de nomenclature qu'aux chapitres précédents. Les deux fournisseurs essentiels de prepregs à savoir P et S n'utilisent ni les fibres de mêmes type, ni les mêmes formulations de matrices et ni les mêmes techniques d'imprégnation non plus. Concernant le type de fibres, celles utilisées par l'entreprise 'S' diffèrent de celles des autres fournisseurs essentiellement par leur nature craquée, conférant ainsi aux mèches/torons qu'elles constituent la capacité à s'allonger à haute température et sous forte tension. Pour ce qui est du cas des matrices, les mesures des temps de gel (que nous définissons comme le temps au bout du quel à une température donnée, la viscosité du polymère

augmente de façon abrupte et ne permet plus son écoulement) par un rhéomètre plan-plan sur prépregs montrent que les polymères PEEK et PEI du fournisseur S sont beaucoup plus visqueux que ceux du fournisseur P car à températures identiques, leurs temps de 'gel' (tableau IV.2) sont beaucoup plus courts. Pour la matrice PPS on nous avons plutôt l'inverse. Cette différence entre les matrices de ces deux fournisseurs est la seule à la quelle nous avons accès et il pourrait y en avoir d'autres (adjuvants…) mais qui relèvent sans doute des secrets de fabrication. Par ailleurs, il faut préciser que l'expression 'temps de gel' n'est pas à prendre dans son sens premier qui est en général associé uniquement à la réticulation des thermodurcis. Nous l'utilisons un peu abusivement pour les matrices thermoplastiques pour signifier juste une transition entre un état peu visqueux et un état très visqueux.

Matrice	Nature	ρ (Kg/m3)	Tg (°C)	Fusion (°C)	Dégradation (°C)	Temps de 'gel' (min)	
PEEK	amorphe & semicristallin	1263 -1401	143	335	600	Evonik (P)	28 à 380°C 10 à 400°C
						Victrex (S)	11 à 380°C 7 à 400°C
PPS	amorphe & semicristallin	1230–1425	85 – 100	285	530	Fortron (P)	12 à 300°C 8 à 320°C
						Torcon (S)	24 à 300°C 14 à 320°C
PEI	amorphe	1270	217	360	480	Ultem 1040 (P)	65 à 340°C 21 à 370°C
						Ultem 1010 (S)	37 à 350°C 14 à 370°C

Tableau IV.2. Quelques propriétés physico-chimiques (des matrices utilisées) nécessaires à l'élaboration des cycles de moulage [Carrega et Coll, 2004] ; temps de gel mesurés à l'IMP de l'INSA de Lyon

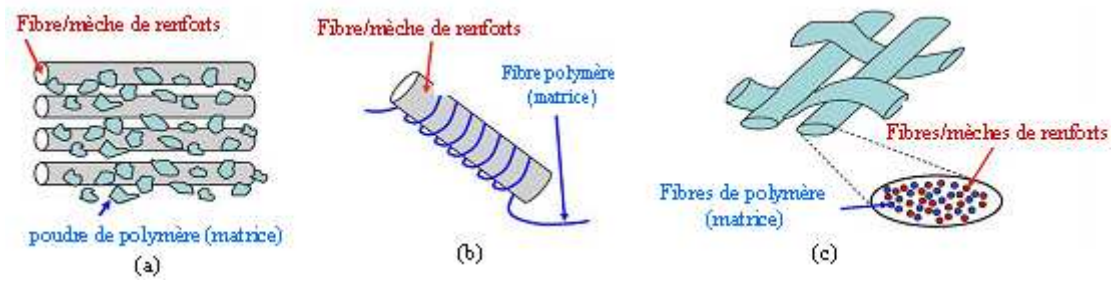


Figure IV. 1. les différentes techniques d'imprégnation des prépregs des fabricants P et S [Fujihara *et al*, 2004].

Enfin, en ce qui concerne les techniques d'imprégnation, le fournisseur P utilise du saupoudrage en surface de la nappe de renforts (figure III.1 (a)) tandis que le fournisseur S utilise des techniques d'imprégnation dites à cœur, où la fibre/mèche de renfort est enlacée par une fibre de matrice (figure III.1 (b)) ou alors les fibres de matrice côtoient les fibres de renfort au sein d'une même mèche (figure III.1 (c)). D'autres méthodes d'imprégnation existent (cf. chapitre I) mais nous n'avons voulu rappeler dans ce chapitre que celles qui nous intéressent. Au vue de ces deux méthodes, on s'attend intuitivement à avoir une meilleure imprégnation des fibres du fabricant S. cependant cela dépend d'autres paramètres comme l'état de surface des fibres (tenue de l'ensimage en température), la capacité à faire fondre suffisamment vite la totalité du polymère à l'intérieur des fils/mèches qui sera plus difficile que les poudres en surface, et enfin de la viscosité du polymère.

De cette présentation des matières de base, nous retenons quatre paramètres essentiels susceptibles d'influencer les propriétés mécaniques des pièces moulées : ce sont l'armure des renforts (UD, quasi-UD, satin), la nature des fibres (classiques ou craquées), la nature de la matrice (viscosité) et la technique d'imprégnation.

IV.2.2 Le procédé et ses paramètres

Comme pour tout procédé industriel, l'objectif final visé avec le procédé HPM est de minimiser le temps de cycle global et le temps d'exposition à haute température (énergie) tout en gardant une microstructure et des propriétés de haute qualité. Ce procédé contient quatre opérations essentielles :

- Le chauffage du pré imprégné jusqu'à la fusion complète de tout le polymère : l'enjeu de cette opération est de s'assurer que toute la matrice est fondue pour permettre le mouillage des fibres avant le début de la phase de consolidation, c'est-à-dire avant l'atteinte de la pression maximale.

- la montée en pression pour la répartition de polymère fondu, le mouillage maximal des fibres et la densification du matériau (limitation des porosités) : la difficulté dans cette opération est de déterminer le timing et la rampe, et de les adapter à la fluidité/viscosité de la matrice.

- Le maintient sous pression et température constantes pour polymérisation, réticulation et gel de la matrice : c'est la phase de consolidation.

- Le refroidissement pour la solidification de la pièce et le démoulage : l'enjeu dans cette dernière opération est de trouver la bonne vitesse de refroidissement qui permette de limiter au maximum les contraintes résiduelles dont les sources sont multiples et multi-échelles.

Il sera donc question sur chacune de ces quatre opérations, de trouver le meilleur compromis entre le temps et les propriétés mécaniques. Les deux principaux paramètres permettant d'optimiser ces différentes étapes et ayant une incidence directe sur les propriétés mécaniques sont la température et la pression dont il faut trouver les rampes adaptées.

En ce qui concerne le cycle température, les paramètres à fixer sont la vitesse de chauffe (VC), la température de consolidation/fabrication (Tconso) qui correspond encore à la température maximale du cycle, la vitesse de refroidissement (VR) et la température de démoulage (Td). La vitesse de chauffe doit être calée sur la cinétique de fusion du polymère car il n'est pas question d'imposer une vitesse trop rapide qui ne laisse pas le temps à toute la résine de fondre. La température de consolidation quant à elle est forcément comprise entre la température de fusion (pour les thermoplastiques semi-cristallins) ou de réticulation (pour les therrmodurs) et la température de dégradation. La vitesse de refroidissement pour sa part est fixée de façon à limiter au maximum les contraintes résiduelles et obtenir le taux de cristallisation souhaité. Enfin, la température de démoulage est celle à partir de la quelle on ne risque plus aucune variation/modification dimensionnelle. De façon globale, le polymère fondu doit passer le minimum de temps possible à haute température au risque de se dégrader (rupture des chaines, brulures…) ou de s'oxyder, oxydation très préjudiciable à la qualité de l'interface fibre-matrice.

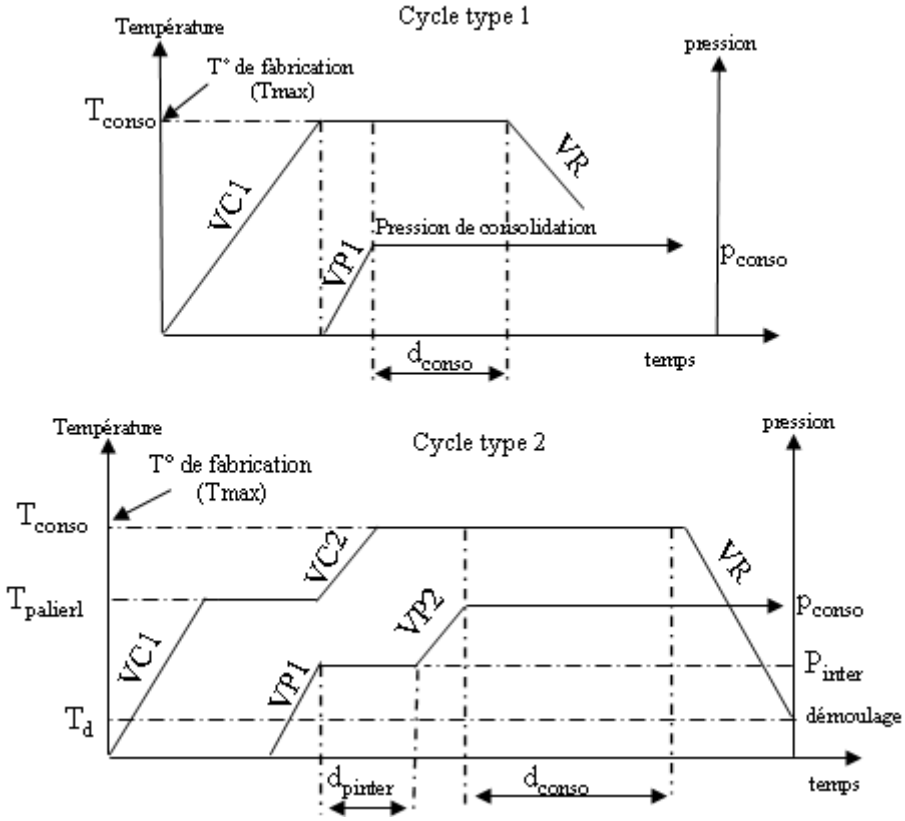


Figure IV. 2. Les deux cycles type de moulage utilisés

Pour ce qui est du cycle de pression, les valeurs importantes à fixer sont le début de la phase de pressurisation, la vitesse de montée (VP), la pression de consolidation (Pconso) qui est la pression maximale du cycle et la durée de consolidation (dconso) qui correspond à la durée de pression de consolidation au bout de laquelle le refroidissement peut être amorcé. En ce qui concerne le timing et la vitesse de pressurisation, ils doivent être choisis avec précaution car commencer trop tôt peut conduire à essorer complètement le matériau, surtout si la matrice est peu visqueuse. Commencer tard avec une vitesse rapide conduira plutôt à un matériau renfermant des bulles d'air et de grosses porosités macroscopiques. La valeur de la pression de consolidation/maintient quant à elle dépend du taux de fibres souhaité et de la viscosité du polymère. Il va de soi que plus on voudra un matériau dense en fibres, plus il faudra augmenter la pression. Cependant, il faut adapter cette pression à la viscosité de la matrice et à la durée de consolidation. En effet, à forte pression, on risque d'essorer plus qu'il n'en faut le matériau et se retrouver avec des fibres nues si la matrice est très fluide et la durée de consolidation trop longue. La figure IV.2 nous donne une illustration des deux cycles type que nous utiliserons dans notre étude.

Le premier cycle est plutôt intuitif et simple, avec un seul palier de température et de pression. Il consiste tout simplement à chauffer le prepreg de façon continue jusqu'à fusion complète de la matrice. Une fois cette dernière à l'état liquide, on monte en pression de façon continue également jusqu'à atteindre la pression de consolidation qui sera maintenue jusqu'au démoulage. Ce type de

cycle est rapide mais correspondra surtout aux matériaux avec une architecture assez simple comme les UD qui ne gênent pas trop l'écoulement du polymère. De plus, avec un tel cycle, on est obligé de procéder avec des vitesses de chauffe et de pressurisation assez faibles afin d'éviter les 'overshoot' et les gradients brutaux de température et de pression dans l'épaisseur de la pièce au moment où le palier de consolidation sera atteint. Cela conduit à des expositions très longues et à très haute température qui peuvent porter préjudice aux propriétés finales des stratifiés. Pour remédier à tous ces problèmes d'overshoot et assurer une imprégnation plus efficace des fibres dans les matériaux à armures complexes (tissus, textiles…), il parait judicieux d'introduire des paliers intermédiaires de température et de pression avant d'atteindre les paliers de consolidation : on obtient le cycle type 2. Ces paliers intermédiaires ont pour but d'homogénéiser la température et la pression dans tout le stratifié avant l'atteinte du palier de consolidation. Ils autorisent également des rampes de température et de pression plus rapides que dans le premier type de cycle. Le tableau IV.3 résume les valeurs des paramètres des cycles de température et de pression appliqués pour le moulage des matériaux étudiés. Dans ce tableau, nous ne présentons que les paramètres variant d'une cuvette à l'autre. Les paramètres n'y figurant pas à savoir les vitesses de chauffe (VC1 et VC2) et les vitesses de pressurisation (VP1 et VP2) sont identiques pour tous les matériaux. Ils valent VC1 = VC2 = 3°C/min, VP1 = VP2 = 4 bars/min.

matière	cuvette N°	Tpalier1 (°C)	Tconso (°C)	dpinter (min)	dconso (min)	Pinter (bar)	Pconso (bar)	VR (°C/min)	Td (°C)
Peek_P_satin	1	360	390	10	20	10	30	3	200
	2	360	390	10	10	20	55	0.9	200
	3	360	390	15	10	20	30	0.9	200
peek_S_satin	4	360	390	10	10	20	55	3	140
peek_S_QUD	5	/	390	/	10	/	55	3	200
	6	360	390	20	10	20	55	0.9	200
APC2_C_UD	7	360	390	10	20	10	30	0.9	200
pps_P_satin	8	290	310	8	10	20	55	3	80
	9	290	310	13	20	10	30	3	80
pps_S_QUD	10	/	320	/	10	/	55	3	100
	11	290	320	15	20	10	30	3	100
pei_P_satin	12	340	370	10	10	20	55	3	180
	13	340	370	15	20	10	30	3	180
pei_P_QUD	14	340	370	10	10	20	55	3	180
	15	340	370	15	20	10	30	3	180
pei_S_satin	16	340	370	10	10	20	55	3	180

Tableau IV.3. Les paramètres des cycles de moulage de toutes les cuvettes étudiées

On peut remarquer que toutes les cuvettes ayant le même type de matrice ont la même température de palier intermédiaire Tpalier1 (lorsqu'il y'en a un) qui est légèrement inférieure à la température de fusion. De plus, ils ont la même température de consolidation Tconso, qui bien entendu est toujours supérieure au point de fusion de la matrice indiqué au tableau IV.2. Les températures de consolidation considérées ici sont celles conseillées par les fournisseurs. Leurs valeurs sont fixes mais, il aurait aussi été intéressant de les faire varier afin d'étudier leur influence sur les propriétés mécaniques. Jar [Jar *et al*, 1991] a étudié l'influence de ce paramètre dans le cas du carbone/PEEK et a montré qu'en moulant

à 20°C au dessus des températures de consolidation conseillées, on avait une amélioration notable de la qualité de l'interface fibre matrice et de la ténacité (meilleure résistance en cisaillement et au délaminage). En excluant les paramètres fixes, on a finalement pour chaque matière, cinq paramètres susceptibles de varier d'une cuvette à l'autre : ce sont la pression et la durée du palier intermédiaire (Pinter et dpinter), la pression et de la durée de consolidation (Pconso et dconso), et enfin la vitesse de refroidissement (VR) dans certains cas.

En ce qui concerne les pressions de consolidation, nous en avons choisi deux, à savoir 55 bars et 30 bars (soit un rapport d'environ 1/2) auxquelles correspondent respectivement les pressions de palier intermédiaire de 20 bars et 10 bars. Des pressions aussi élevées ne sont pas très courantes dans la littérature même si quelques auteurs ([Fujihara K. *et al*, 2004], [Mitschang *et al*, 2003]) l'ont pratiqué sur des matières de même nature. Quant au choix des durées de ces paliers, il obéit au principe suivant lequel plus la pression est forte, plus faible sera le temps de maintient car la vitesse d'écoulement du polymère liquide est d'autant plus important que la pression est forte. Les fortes pressions présentent donc un avantage en termes de gain de temps mais à condition de préserver la cohésion du matériau.

IV.3 Les caractérisations

Une fois fabriquées, les cuvettes subissent une première étape d'analyse à l'œil nu puis en microscopie optique, afin d'identifier certains défauts tels que les désalignements de fibres, les porosités et les contraintes résiduelles qui permettront d'expliquer au besoin certaines anomalies dans leur comportement mécanique. Ensuite, on passe à une étude quantitative de la microstructure qui consiste à évaluer les taux de fibres, de porosités et de cristallinité, paramètres également indispensables à l'interprétation des résultats des essais mécaniques. Cette analyse est réalisée en partenariat avec le laboratoire d'ingénierie des polymères de l'INSA de Lyon. Les taux de fibres et de porosités y sont déterminés par analyse thermogravimétrique (ATG) et par dissolution acide de la matrice. Les taux de cristallinité sont évalués par DSC et la température de transition vitreuse par DSC ou DMA lorsque la DSC s'avère inefficace. Ces techniques ont largement été décrites au chapitre II.

La troisième et dernière étape est la réalisation des essais mécaniques sur des éprouvettes prélevées dans le fond plat des cuvettes. Pour mener cette étude d'interactions entre procédé et comportement mécanique des matériaux, nous avons choisis les trois essais de base de caractérisation des composites à fibres continues : ce sont la traction chaine/trame, le cisaillement plan (traction sur des éprouvettes orientées à 45° de la direction des fibres) et le cisaillement interlaminaire (CIL) en flexion trois points. Ces essais ont été également décrits en détail au chapitre III.

IV.4 Résultats et analyses

Les tableaux IV.4 et IV.5 résument les résultats des caractérisations physico-chimiques et mécaniques réalisées sur toutes les cuvettes du tableau IV.3. D'une part sont regroupés tous les résultats obtenus sur les cuvettes à armures UD et quasi-UD, et d'autre part ceux des armures tissées (satin).

	peek_S_QUD		APC2_C_UD	pps_S_QUD		pei_P_QUD	
	5 (55 bars)	6 (55 bars)	7 (30 bars)	10 (55bars)	11 (30 bars)	14 (55bars)	15 (30bars)
Cristallinité(%)	34	43	/	58	52	/	/
Tg (°C)	140	140	/	104	104	202	200
porosités (% vol)	0,3	0	/	0,2	0,2	1,9	1,2
Vf (taux de fibres)	55,00%	59,80%	57%	57,10%	56,20%	64,00%	62,00%
E1 (GPa)	98,28	133,04	141,42	95,72	102,25	110,58	124,12
E2 (GPa)	16,72	11,28	9,50	6,21	5,70	11,08	11,02
G12 (GPa)	5,87	/	5,95	/	/	5,85	5,68
v12	0,31	0,33	0,55	0,38	0,34	0,34	0,44
Xt (MPa)	919,11	845,85	1465,99	467,16	651,70	1266,25	1482,00
Yt (MPa)	52,44	31,44	93,64	29,96	29,05	62,92	50,83
S12 (MPa)	45,96	/	56,93	/	/	54,14	52,77
CIL (MPa)	90,99	63,02	/	/	/	/	/

Tableau IV.4. Résumé des résultats des mesures physico-chimiques et des essais mécanique réalisées sur les cuvettes à armures UD et quasi-UD.

	peek_P_satin			peek_S_satin	pps_P_satin		pei_P_satin		pei_S_satin
	1 (30 bars)	2 (55 bars)	3 (30 bars)	4 (55 bars)	8 (55 bars)	9 (30 bars)	12 (55 bars)	13 (30 bars)	16 (55 bars)
Cristallinité (%)	44,00	43,00	39,00	/	46,00	58,00	/	/	/
Tg (°C)	138,00	143,00	137,00	140,00	98,00	97,00	200,00	204,00	201,00
porosités (%)	1,50	1,10	0,70	0,10	2,20	2,40	2,10	2,90	1,40
Vf (taux de fibres)	0,48	0,52	0,49	0,51	0,55	0,53	0,59	0,55	44,60
E1 (GPa)	54,40	58,89	50,01	53,90	62,06	54,39	67,71	60,40	49,35
E2 (GPa)	54,70	58,34	54,50	54,07	57,20	53,97	64,33	60,11	47,19
G12 (GPa)	4,15	4,67	4,58	5,64	4,67	4,40	4,86	4,57	4,74
v12	0,05	0,05	0,04	0,03	0,06	0,05	0,06	0,11	0,10
Xt (MPa)	767,51	885,57	753,19	580,57	820,73	870,30	866,13	857,97	662,90
Yt (MPa)	756,75	853,19	828,10	588,16	782,92	818,72	883,94	873,84	608,20
S12 (MPa)	122,91	151,47	140,81	111,53	95,53	82,97	124,11	126,23	123,04
CIL (MPa)	78,00	78,32							

Tableau IV.5. Résumé des résultats des mesures physico-chimiques et des essais mécanique réalisées sur les cuvettes à armures tissée satin de 5. entre parenthèses est indiqué la pression de consolidation.

IV.4.1 Influence de l'armure des prépregs

La première remarque qui est apparue lors du moulage des toutes premières cuvettes était la différence de comportement entre les cuvettes UD/quasi-UD et les cuvettes satin, aussi bien au niveau de leur aspect visuel que de leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques.

Concernant l'aspect extérieur, on constate que le fond plat des cuvettes à armures UD et quasi-UD présente des désalignements et des ondulations de fibres/mèches très importants dans le plan par rapports aux cuvettes à armures satin dont les fibres/mèches sont quasi-parfaitement alignées. Ces désalignements illustrés à la figure IV.3 sur deux exemples de cuvettes quasi-UD apparaissent de façon systématique sur toutes les cuvettes ayant ces armures. Ces défauts d'alignement proviennent de plusieurs sources : la première est la géométrie même de la cuvette dont la forme creuse implique de grandes déformations, ce qui augmente les risques de désalignement des fibres si elles ne sont pas bien tenues. La seconde source est la présence de coins de valises dont les fibres/mèches ont beaucoup de mal à épouser les courbures. Il en résulte des perturbations qui prennent naissance dans ces zones et se propagent des bords vers l'intérieur des cuvettes. Dans le cas des armures tissées, la forte densité et l'enchevêtrement des fibres dans les deux directions principales du plan limitent et bloquent les mouvements relatifs des mèches qui du coup conservent en grande partie leur orientation de départ. Par contre dans le cas des UD et quasi-UD, les fibres/mèches sont beaucoup plus libres de se mouvoir car presque rien ne les retient. On a d'ailleurs constaté que parmi toutes les cuvettes quasi-UD, ce problème de désalignement était beaucoup moins marqué pour le pei_P_QUD (figure IV.3) qui contient 10% de fibres de verre dans sa direction transverse contre seulement 5% pour toutes les autres. Cela montre que pour l'estampage des structures composites à géométries complexes ou impliquant de grandes déformations, plus on aura une armure qui se rapproche de celle d'un tissu, meilleur sera l'alignement et l'orientation des fibres/mèches. Ces premières observations nous montrent déjà des premiers signes d'incompatibilité entre les armures UD et quasi-UD et ce procédé de thermoformage.

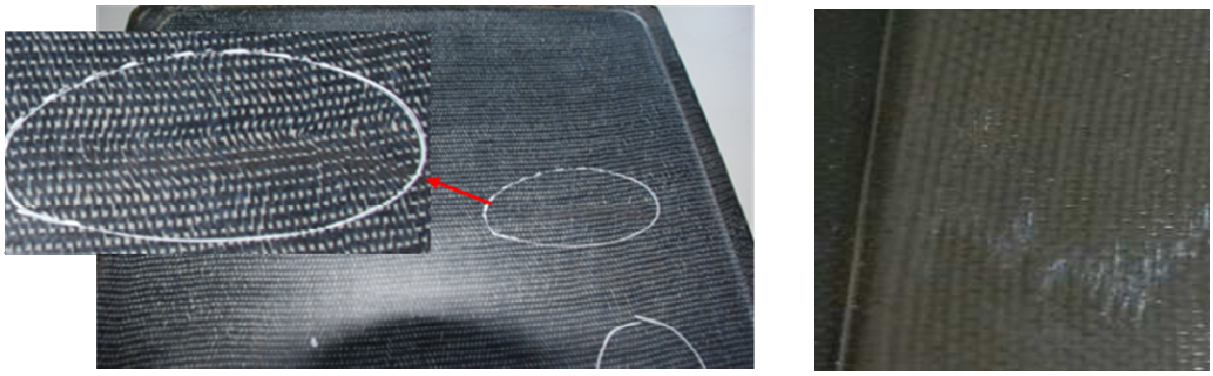


Figure IV. 3. Aspect visuel de la face externe du fond plat de cuvettes pps_S_QUD (à gauche) et pei_P_QUD (à droite) ; on peut clairement y voir les désalignements/ondulations des fibres/mèches dans le plan.

Concernant l'impact de l'armure sur le comportement mécanique, on s'attend (d'après les premières observations faites sur l'aspect extérieur des cuvettes) à ce que les cuvettes à armures UD et quasi-UD présentent des propriétés très basses par rapport aux attentes car qui dit désalignement des renforts dit mauvaise reprise de a charge par ces derniers. Quant aux cuvettes à armures tissées, on s'attend à des propriétés pas très éloignées des valeurs usuelles puisqu'elles ne présentent pas de gros défauts apparents. Lorsqu'on analyse les résultats du tableau IV.4 et IV.5, on se rend compte que c'est globalement le cas.

En effet, on constate que la cuvette peek_APC2_UD à armure UD a un module longitudinal de 140 GPa, ce qui est à peu près correct. Cependant sa résistance mécanique qui vaut 1400 MPa est assez loin des valeurs usuelles (~2000 MPa) obtenues sur des moulages de plaques (cf. chapitre III) avec des taux de fibres à peu près identiques. Pour ce qui est des cuvettes à armures quasi-UD, les propriétés sont encore moins bonnes. On se retrouve pour certaines cuvettes sous les 100 GPa de module longitudinal et sous les 500 MPa (cuvettes 10 et 11) de résistance longitudinale, valeurs beaucoup trop faibles pour des matériaux de ce type. Les meilleures propriétés sont obtenues sur la cuvette pei_P_QUD. Cette dernière qui contient 10% de fibres de verre dans sa direction transverse contre 5% seulement pour tous les autres quasi-UD a un module longitudinal de 124 GPa et une résistance d'environ 1500 MPa. Cela confirme l'observation précédente selon laquelle le fait d'avoir plus de fibres dans le sens transverse améliore l'aptitude des prépregs au procédé HPM.

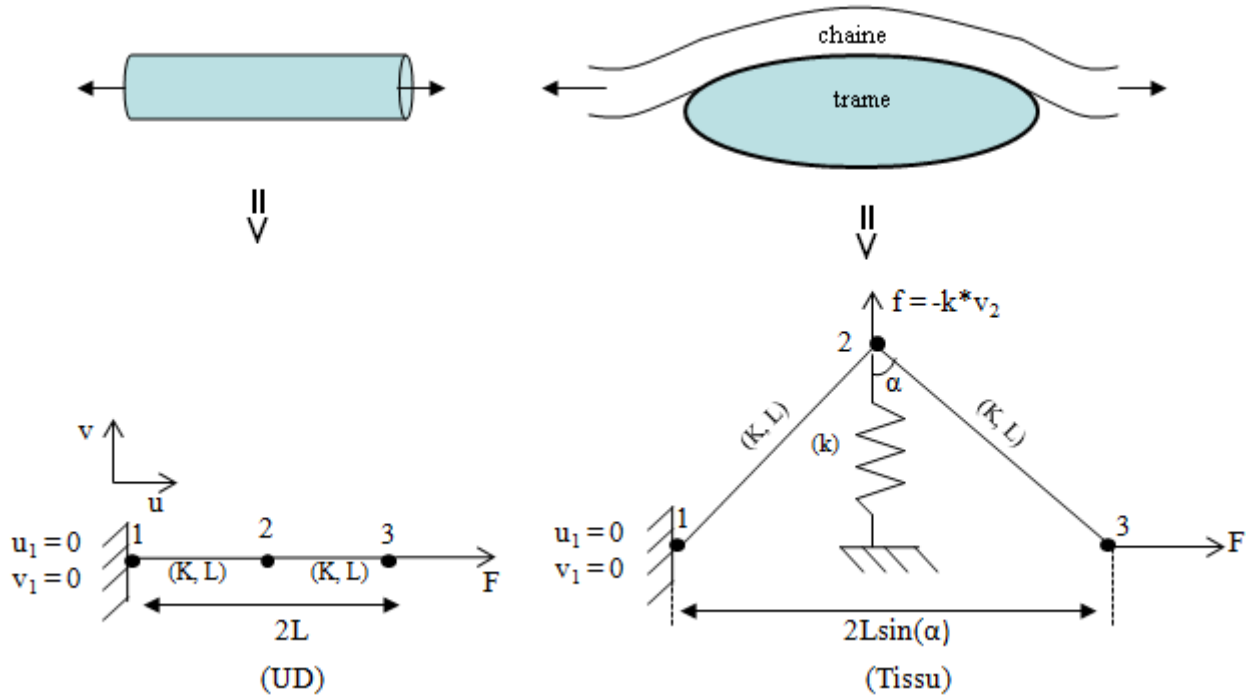


Figure IV. 4. En haut, Représentation schématique d'une mèche dans un UD et dans un tissu plan sollicités en traction ; en dessous, modèles simplifiés et discrétisation par éléments finis.

Concernant les cuvettes à armures tissées, les valeurs minimales de propriétés mécaniques se situent autour 50 GPa de module longitudinal et de 600 MPa pour la résistance dans cette même direction. Ces valeurs sont tout à fait dans les gammes usuelles de propriétés pour ce type de matériau. Cela confirme encore une fois la meilleure aptitude au procédé des prepregs à amures satin par rapport au UD et quasi-UD. Ainsi, l'optimisation du procédé vis-à-vis de ces matières s'annonce bien plus aisée car le couple HPM-tissu semble mieux fonctionner que les couples HPM-UD et HPM-quasi-UD.

Par ailleurs, il faut noter que la faiblesse des propriétés des cuvettes à armures quasi-UD n'est pas seulement due aux désalignements, mais aussi à l'embuvage crée par la présence des fibres dans le

sens transverse, même si ces dernières sont très fines et en très faible proportion. Pour démontrer cela, considérons les modèles simplifiés de la figure IV.4 :

Le tissu diffère de l'UD par la présence de fils/mèches de trame qui sont représentés sur la figure IV.4 par un ressort de raideur k (raideur dans la direction de l'épaisseur du fil de trame), qui crée un embuvage d'angle au sommet 2α et qui exerce sur le fil/mèche de chaine une force de Hooke $f = -k*v_2$ au point de croisement entre les deux fils (nœud 2). Lors d'une sollicitation, les mèches dans l'UD de raideur longitudinale K et de longueur L sont horizontales dès le début de la charge. La résolution analytique de ce problème par la méthode des éléments finis et avec les conditions aux limites indiquées sur la figure IV.4 permet d'établir la relation (IV-1) où E et E' sont respectivement les modules longitudinaux des mèches en configuration UD et en configuration ondulée (tissu). La démonstration détaillée de cette équation est disponible à l'annexe 1.

$$E' = 2E\sin^3\alpha \left(\frac{1}{2} - \frac{\cos^2\alpha}{\frac{k}{K} + 2\cos^2\alpha}\right) \qquad \text{(IV-1)}$$

En posant α = 90°, on retrouve bien E'= E qui rejoint le cas du modèle UD avec la mèche horizontale. On constate que le module du modèle ondulé est extrêmement sensible à l'angle au sommet de l'ondulation car varie en puissance cubique de son sinus. En guise d'exemple, si on considère un composite UD usuel à 60% de taux de fibres de carbone haute résistance de 240 GPa de module (cf. tableau I.1), les lois de mélanges permettent de situer leurs modules longitudinal (E_L) et transverse (E_T) respectivement autour de 145 GPa et 12 GPa. Le rapport k/K entre les raideurs longitudinal et transverses des mèches peut être assimilé au rapport E_T/E_L puisque les raideurs sont proportionnels aux modules d'Young. Ainsi le rapport k/K vaudra à peu près 12/145 ~0,083. La relation (IV-1) s'écrit alors :

$$E' = 2E\sin^3\alpha \left(\frac{1}{2} - \frac{\cos^2\alpha}{0{,}083 + 2\cos^2\alpha}\right) \qquad \text{(IV-2)}$$

En prenant en guise d'exemple α = 85°, c'est-à-dire qu'on considéra que le fil de trame induit une ondulation d'angle 10° au sommet, on arrive à E'= 0,83E. Ce léger embuvage entraine donc une chute de près de 20% du module du tissu par rapport à l'UD aux mèches droites. Ce modèle simple illustre de façon claire que les fils de trame souvent introduits dans les armures UD pour tenir les fibres de renfort ont une très forte influence sur le module longitudinal et ne sont pas du tout 'innocents' comme on pourrait le croire. Le document en annexe donne un exemple encore plus explicite avec le cas du tissu peek_P_satin pour lequel en approximant l'angle au sommet de l'ondulation entre les mèches de trame et de chaine, la relation IV.1 prédit bien un module dans l'ordre de grandeur de celui mesuré expérimentalement. Ainsi, si l'armure tissée permet un meilleur maintient de l'alignement des fibres/mèches lors du moulage, elle est aussi source de concentrations locales de contraintes et d'embuvage qui font chuter les propriétés des stratifiés moulés. Avec cette démonstration, on constate au final qu'un module longitudinal de 120 GPa pour un composite à armure quasi-UD et à 60% de fibres est tout à fait normal et qu'il faudrait dissocier les abattements de propriétés dus aux caractéristiques propres du prepreg (comme l'amure) de ceux induits par le procédé de mise en forme.

IV.4.2 Influence de la nature craquée des fibres

Comme nous l'avons évoqué précédemment, Les fibres de carbone utilisées pour la conception de certains prepregs du fournisseur 'S' sont de nature craquée, c'est-à-dire préalablement étirées jusqu'à rupture au niveau de leurs points faibles. Ainsi, les mèches constituées de ces fibres ont la capacité de s'allonger à chaud sous fortes tension grâce aux discontinuités des fibres craquées, ce qui n'est pas le cas des mèches fibres classiques dont la continuité parfaite des fibres dans les mèches empêche toute élongation supplémentaire de ces dernières. Les observations des cuvettes moulées ont montré que toutes celles à fibres craquées présentaient en général les désalignements les plus importants sur le fond plat des cuvettes aussi bien à armures quasi-UD que tissées. De plus, ces cuvettes présentaient comme on peut une fois de plus l'observer sur la figure IV.3 des ondulations de fibres dans le plan. Ces observations nous amènent à penser que les mèches à fibres craquées lors de la montée en pression s'allongent comme prévu. Cependant, dans la zone plane, cet allongement n'est pas nécessaire du fait de la simplicité de la géométrie de cette zone. Il en résulte des sur-élongations inutiles responsables des défauts de tension (sous-tensions) de fibres dans la zone plane qui sont alors facilement entrainées par l'écoulement de la matrice. D'où ces ondulations de fibres/mèche dans le plan. Ce mécanisme d'ondulation des fils/mèches dans le plan contribue à abaisser les propriétés mécaniques des stratifiés à base de fibres craquées par rapport à leurs homologues à fibres classiques provenant des autres fournisseurs (P et C). On peut en juger par la différence importante des niveaux de performances mécaniques (cf. tableaux IV.4 et IV.5) entre les matériaux contenant ces deux types de fibres. En guise d'exemple, prenons le cas des cuvettes numéros (N°) 2 (peek_P_satin) et 4 (peek_S_satin), qui sont toutes deux moulées dans les mêmes conditions, qui ont des taux volumiques de fibres équivalents, mais présentent un gap important de propriétés mécaniques en faveur de la cuvette à fibres classiques (peek_P_satin).

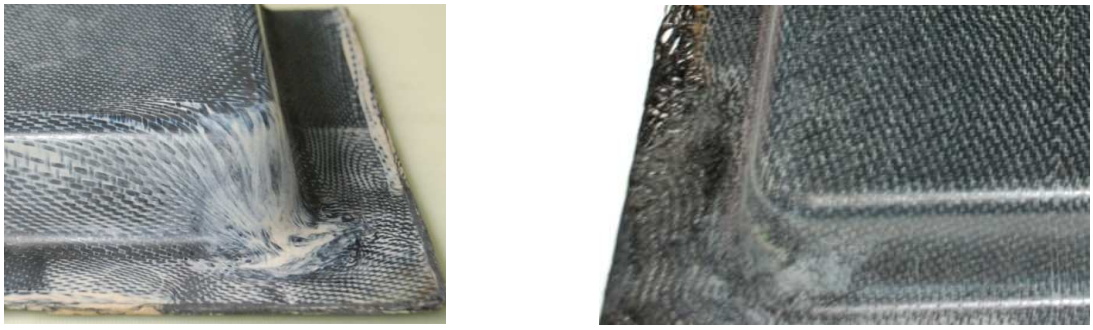


Figure IV. 5. Coins des cuvettes peek_P_satin N° 1 à fibres classiques (à gauche) et peek_S_satin N° 1 à fibres craquées. On peut remarquer la difficulté à épouser le coin qu'ont les fibres classiques par rapport aux craquées.

Par ailleurs, si les mèches à fibres craquées ne semblent pas très adaptées à la mise en forme du fond plat des cuvettes qui semble beaucoup trop simple comme géométrie pour des fibres de cette nature, ces dernières seraient mieux adaptées à des géométries beaucoup plus complexes comme les coins de valise/malle par exemple. En effet, ces derniers avec leur forme 3D impliquent des déformations importantes qui 'consomment' cet allongement supplémentaire sous forte tension qui caractérise les mèches à fibres craquées. Cela non seulement maintient ces mèches sous tension, mais

leur permet aussi de bien épouser la géométrie. La figure IV.5 Illustre le cas des premières cuvettes peek_P_satin et peek_S_satin où on peut remarquer la difficulté pour les fibres classiques à épouser coins de cuvettes, contrairement aux fibres craquées qui paraissent nettement plus à l'aise.

IV.4.3 Influence des paliers intermédiaires de température et de pression

Pour juger de l'influence sur le comportement des stratifiés des paliers intermédiaires introduits dans les cycles de température et de pression, on peut prendre en exemples les cuvettes peek_S_UD et peek_P_satin. On constate que dans le cas du stratifié peek_P_satin, le fait de passer d'une durée de palier intermédiaire de pression (dpinter) de 10 minutes (cuvette peek_P_satin N°1) à une durée de 15 minutes (cuvette peek_P_satin N° 3) permet d'améliorer de façon significative l'aspect extérieur et la cohésion au sein du matériau. Cela se traduit par l'augmentation des résistances longitudinale et en cisaillement plan qui passent respectivement de 756 à 828 MPa et de 122 à 140 MPa. On peut déceler là les signes d'un meilleur transfert de charge entre fibres rompues et fibres intactes d'une part, et d'une bonne cohésion au sein du matériau d'autre part. La figure IV.5 est une illustration visuelle de l'impact de cette augmentation de la durée du palier intermédiaire qui permet une répartition homogène du polymère en annihilant les zones de carence (dans les cercles noirs) et d'amas de résine aux limites de partie plane (contours très blancs).

Figure IV. 6. A droite, zones de carence (entourées) et d'amas (contours très blancs du fond plat) de résine sur la cuvette peek_P_satin N°1 ; à gauche, aspect final après rallonge de 5minutes du palier de pression intermédiaire.

Pour ce qui du cas des cuvettes peek_S_QUD N° 5 et N° 6, le fait de passer d'un cycle de moulage de type 1 sans palier intermédiaire (cf. figure IV.1) à un cycle de type 2 avec un palier de pression intermédiaire qui dure 20 minutes à 360°C a pour effet d'augmenter le taux de fibres et le module longitudinal. Par contre on note toujours la persistance des désalignements et une chute très significative de toutes les autres propriétés, à savoir la résistance mécanique longitudinale, la résistance au cisaillement plan et surtout la résistance cisaillement interlaminaire (CIL) qui s'effondre de 30%, traduisant une très mauvaise cohésion au sein du matériau. Le palier intermédiaire a bel et bien permis de fluidifier la matrice puisque le taux de fibres a significativement augmenté, preuve qu'on a pu essorer un peu plus le matériau. Cependant, le fait d'avoir finalement une très mauvaise cohésion au sein de la cuvette N° 6 par rapport à la N° 5 laisse penser que le palier de pression

intermédiaire a été trop long. Ainsi, nous pensons qu'au moment d'arriver au palier de consolidation, la matrice était déjà beaucoup trop visqueuse et combiné à une pression très forte (55 bars), elle a entrainé encore plus facilement les fibres dans son écoulement et n'a pas eu le temps de toutes les imprégner avant le gel total. La figure IV.7 qui compare les courbes de traction longitudinale à rupture des cuvettes quasi-UD N° 5 et N° 6 montre bien ce manque de cohésion dans la cuvette N° 6, avec une rupture chaotique qui met en évidence les mauvais transferts de charge dans le matériau. Cela est encore confirmé par la figure IV.8 prise au MEB de l'IMP de l'INSA Lyon sur un échantillon prélevé dans la cuvette N° 6 où on voit bien un amas de fibres non imprégnées

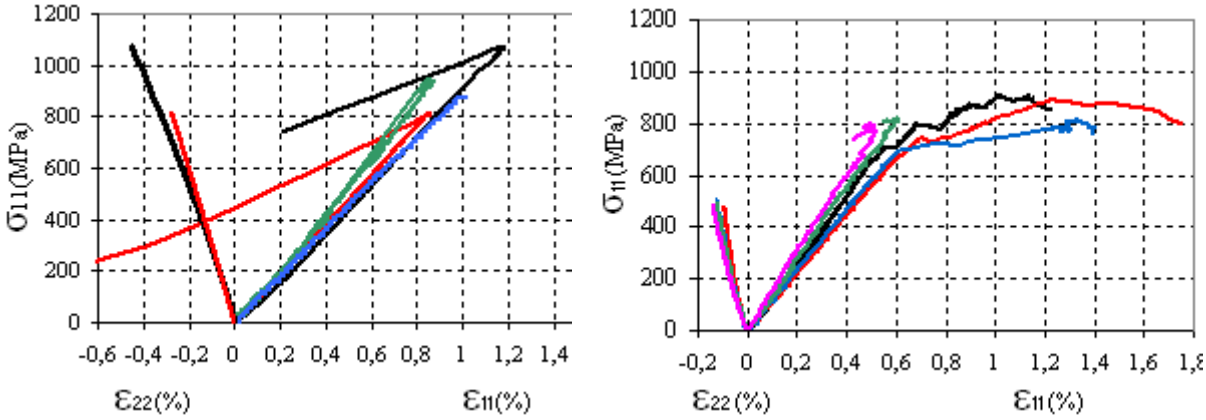


Figure IV. 7. Courbes de traction longitudinale des cuvettes peek_S_QUD N°5 à gauche et N° 6 à droite ; illustration du manque de cohésion au sein de la cuvette N°6.

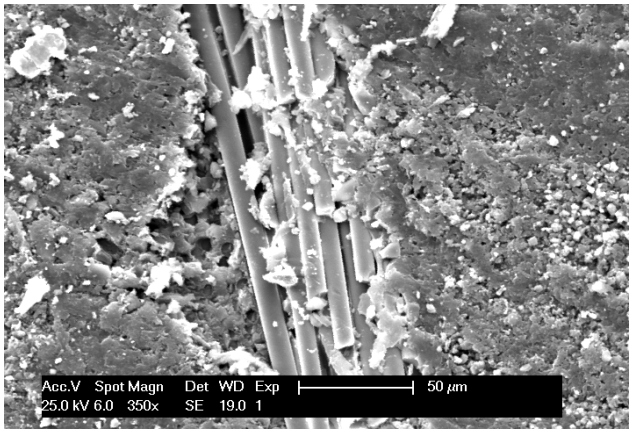


Figure IV. 8. Microscopie électronique à balayage du quasi-UD peek_S_UD moulé à 55 bars avec un palier de pression intermédiaire de 20 bars à 360°C et 20mn. Cette image confirme la rupture chaotique de la figure IV.7.

Finalement, introduire des paliers intermédiaires est sans conteste favorable à un milieu plus cohérent. Cependant, sa durée doit être calée sur le temps de gel ou la viscosité de la matrice afin de maîtriser l'essorage et d'avoir suffisamment de temps au palier de consolidation pour imprégner efficacement toutes les fibres avant le gel total.

IV.4.4 Influence de la pression de consolidation

Pour toutes les matières moulées aux deux pressions de consolidation 30 bars et 55 bars, une première remarque est l'augmentation du taux volumique de fibres avec la pression, ce qui est tout à fait logique car plus fort on presse, plus on est sensé densifier le matériau. Cette densification se traduit également par des taux de porosités très faibles (< 3% en volume dans le pire des cas). On devrait donc s'attendre à une augmentation des propriétés mécaniques avec la pression de consolidation puisque celles-ci croissent avec le taux de fibres [Berthelot, 2005]. Cependant on remarque des comportements différents entre les UD et les tissus.

Dans le cas du pps_S_QUD, on constate un effet inverse c'est-à-dire que malgré l'augmentation du taux volumique de fibres, les propriétés mécaniques de ces matériaux baissent. Ainsi, bien que la pression joue son rôle de densification pour ce matériau, elle est aussi responsable de quelques défauts, notamment les désalignements des fibres et des défauts d'imprégnation. Tout porte à croire qu'une pression de plus en plus élevée favorise ces phénomènes de désalignement et d'ondulation dans le plan des fibres/mèches de ce matériau. En effet, comme nous l'avons déjà évoqué, nous pensons que les mèches à fibres craquées de ce matériau s'allongent plus que nécessaire dans le fond plat de la cuvette. Ainsi, une pression de plus en plus élevée développera une force d'entrainement de plus en plus importante dont seront affectées les fibres/mèches qui souffrent d'un défaut de tension du fait de ces sur-élongations. Ce mécanisme s'accentuera d'autant plus que la matrice sera visqueuse et la pression forte. A moins qu'on ne trouve le moyen de limiter le mouvement des fibres au cours du moulage, il parait clair que les basses pressions seront beaucoup plus adaptées aux UD et quasi-UD à fibres craquées, surtout si leur matrice est en plus très visqueuse ou gèle très vite.

Dans le cas du pei_P_QUD, l'augmentation de la pression de consolidation fait également baisser les propriétés mécaniques mais pas pour les mêmes raisons que précédemment. Le problème viendrait en fait d'un excès d'essorage du matériau dû à un maintient trop long à haute pression (dpconso) pour une matrice très fluide comme le montre son temps de gel très élevé (ultem 1040 cf. tableau IV.2), signe d'une très faible viscosité en température. Le taux de fibres de 64% à 55 bars de pression de consolidation est un peu excessif pour un quasi-UD et il est probable qu'on ait des défauts d'imprégnation de fibres dans le matériau suite à un essorage trop poussé. Cela se traduirait par une augmentation de la porosité comme c'est le cas dans le tableau IV.4 où le fait de passer de 30 bars (cuvette N°15) à 55 bars (cuvette N°14) fait passer le taux de porosité de 1,2% à presque 2%. Cela se traduirait également par de mauvais transferts de charge au sein du matériau qui expliqueraient finalement la baisse de résistance observée. Pour ce matériau, on a donc le choix entre baisser la pression de consolidation ou réduire la durée du palier afin de limiter l'essorage. C'est la seconde solution qui a été retenue pour le moulage des cuvettes finales caractérisées au chapitre III. Les résultats sont tout à fait ceux escomptés et on obtient une excellente résistance mécanique en réduisant juste de 5 minutes la durée du palier de consolidation (dpconso).

En ce qui concerne les cuvettes à armures tissées, les prévisions sont plus logiques car les propriétés mécaniques augmentent avec le taux volumique de fibres qui est une conséquence de l'augmentation de la pression de consolidation (Pconso). Ce constat renforce encore une fois nos observations précédentes sur la meilleure aptitude au procédé des armures tissées par rapport aux UD

et quasi-UD. En effet, les fibres/mèches des cuvettes à armures tissées gardent un alignement quasi-parfait même à très haute pression et ne semblent pas subir les effets d'entrainement par l'écoulement de la matrice. La seule exception est le peek_S_satin à fibres craquées qui souffrent d'un défaut de tension dans le plan, d'où les légères ondulations de ses mèches à haute pression. Cependant, ces ondulations dans le plan sont presqu'insignifiantes comparées à celles des quasi-UD précédents, preuve que l'armure tissée est un véritable avantage pour maintenir alignées les fibres/mèches dans la zone plane des cuvettes même si elles (les fibres) sont craquées. Par ailleurs, il demeure primordial d'ajuster la durée du palier de consolidation à la viscosité ou au temps de gel de la matrice car comme la cuvette pei_P_UD N° 14, la cuvette pei_P_satin N° 12 moulée à 55 bars présente un taux volumique de fibres (~60%) un peu trop élevé pour un satin. Un tel taux de fibre accentue les risques d'avoir des matériaux fragiles avec beaucoup de fibres/mèches non imprégnées. Pour ce stratifié qui a la même matrice très fluide que celle du pei_P_QUD (ultem 1040, tableau IV.2), lui appliquer 55 bars pendant 10 mn conduit à un essorage très poussé. Il serait plus judicieux de réduire non pas la pression du palier, mais la durée de consolidation pour obtenir un taux de matrice permettant d'assurer une bonne cohésion au sein du matériau. On gagnerait du même coup cinq minutes sur le temps de cycle à très haute température, ce qui est un gain très significatif en temps et en énergie dans le cas d'une production en grande série.

De façon globale, l'augmentation de la pression de consolidation densifie le matériau. Ce constat est de bonne augure au regard des propriétés mécaniques. Cependant, pour que ses effets soient bénéfiques pour le matériau, celle-ci doit être adaptée à la viscosité de la matrice, au type de fibre (craquée ou non) et au type d'armure du prepreg mis en forme au risque de générer plus de porosités, des défauts d'imprégnation des fibres et des problèmes de cohésion au sein du stratifié. Ainsi, les basses pressions de consolidation avec des durées de palier un peu plus long semblent plus adaptées pour les prepregs à armures UD et quasi-UD, à fibres craquées et à matrice très visqueuse. Les stratifiés à matrices très fluides comme les PEI du fournisseur 'P' semblent apte aux fortes pressions mais avec des temps de consolidation raccourcis pour limiter l'essorage. Enfin, les armures tissés continuent d'être un atout majeur pour la mise en forme à très haute pression car permettant de garder l'orientation/l'alignement souhaitée des fibres/mèches.

IV.4.5 Influence des la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement est un paramètre clef dans le moulage des pièces car elle détermine la microstructure finale du matériau et l'intensité des contraintes résiduelles d'origine thermique en son sein. En général, un refroidissement rapide a pour effet de geler la cinétique des mécanismes en cours dans le matériau. Cela génère des contraintes internes en figeant ces derniers dans des états métastables susceptibles d'évoluer dès que les conditions seront à nouveau réunies.

Dans les composites, les mécanismes susceptibles d'être influencés par la vitesse de refroidissement sont la réticulation pour les stratifiés à matrices thermodurcies et la cristallisation pour ceux à matrices thermoplastiques semi-cristallines. Avec une vitesse beaucoup trop rapide, on aboutirait d'après ce qui précède à des composites à matrices dont les taux de réticulation ou de

cristallisation sont faibles et inachevées. C'est le cas par exemple du stratifié peek_S_QUD à matrice PEEK de type victrex, dont le passage d'une vitesse de refroidissement de 3°C/min à 0,9°C/min augmente son taux de cristallinité de près de 10%. Par contre la même réduction de vitesse de refroidissement sur la cuvette peek_P_satin de matrice PEEK évonik semble n'avoir aucune influence sur son taux de cristallinité. Cette observation montre que la cinétique de cristallisation du PEEK évonik est plus rapide que celle du PEEK Victrex. Les macromolécules du PEEK Evonik ont donc plus de facilité à cristalliser (donc plus de degré de liberté de mouvement) que celles du PEEK Victrex. Cela est également en accord avec valeurs du tableau IV.2 qui montrent que les prepregs à matrice PEEK Victrex gèlent beaucoup plus vite par rapport aux prépregs à matrice PEEK Evonik. Cependant, il faut rappeler que même si la vitesse de refroidissement est le principal régulateur du taux de cristallinité, d'autre facteur comme la pression peuvent aussi l'influencer. En effet, Hong-Ming [Hong-Ming *et al*, 1994] a montré que l'augmentation de la pression avait pour effet d'augmenter la cristallinité des composites carbone/PEEK et que la cristallisation avait tendance à accentuer le caractère élastique fragile de ces matériaux.

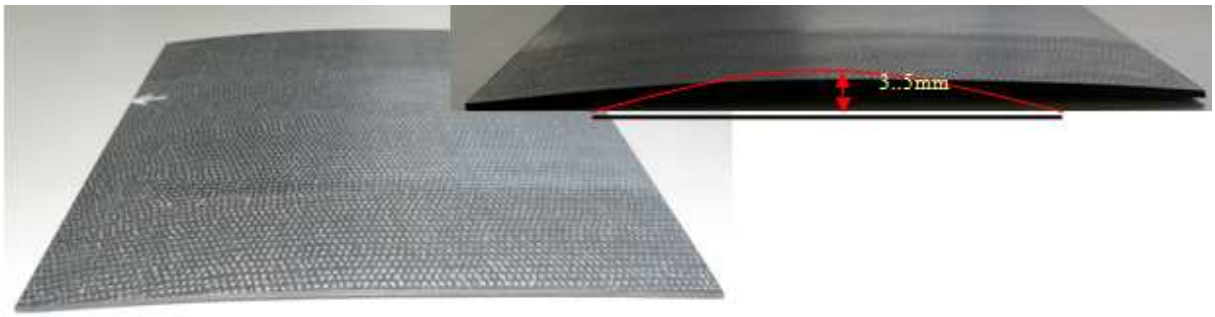


Figure IV. 9. Effets des contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique sur une plaque prélevée dans la cuvette peek_S_QUD N° 5 refroidie à 3°C/min qui s'incurve pour relaxer ces contraintes.

Concernant les contraintes résiduelles d'origine thermique, elles sont le plus souvent le fait des différences de coefficients d'expansion thermique entre deux phases (ou deux corps) en contact, ou encore d'un gradient de température au sein d'un même corps, que ce soit à l'échelle microscopique (de la fibre et de la matrice), mésoscopique (du pli) ou macroscopique (du stratifié). La figure IV.9 illustre un exemple de manifestation de contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique dans une plaque prélevée dans le fond de la cuvette peek_S_satin N° 5 refroidie à 3°C/min. Celle-ci (la plaque) s'incurve sous l'effet de ces contraintes qui se relaxent. Parmi tous les matériaux moulés, seules les premières cuvettes à matrice PEEK ont présenté des contraintes résiduelles macroscopiques à cette vitesse de refroidissement. Cela nous a conduit à réduire à 0,9°C/min la vitesse de refroidissement pour toutes les cuvettes à matrice PEEK qui ont été fabriquées par la suite. Les autres matériaux quant à eux ont conservé la même vitesse de refroidissement (3°C/min) qui ne posait pas de problème de contraintes résiduelles macroscopiques dans leur cas. En général, lors du moulage des structures, on souhaite surtout éviter les contraintes résiduelles macroscopiques afin d'avoir une stabilité dimensionnelle de la pièce et éviter d'éventuelles fissurations si elles sont très fortes. Cependant, de nombreux autres mécanismes générateurs de contraintes résiduelles s'opèrent dans la pièce aux échelles inférieures (micro et mésoscopique) et affectent son comportement mécanique. Il est donc

nécessaire d'identifier et de comprendre tous ces mécanismes afin d'ajuster au mieux la vitesse de refroidissement. Cela est d'autant plus important que les contraintes résiduelles macroscopiques ne sont finalement que la résultante/superposition de tous les mécanismes sources intervenant aux trois échelles.

Comme je l'ai évoqué au paragraphe précédent, les contraintes résiduelles thermiques sont générées aux trois échelles microscopique, mésoscopique et macroscopique. A l'échelle microscopique, elles proviennent de la différence de coefficients de d'expansion entre les fibres et la matrice. En effet, Lors du refroidissement, le retrait de la matrice polymère est plus important que celui des fibres de carbone. Ainsi, dans la direction longitudinale de la fibre, la matrice tend à la comprimer tandis que cette dernière résiste en exerçant une contrainte de traction sur la matrice (figure IV.10). Il en résulte des contraintes résiduelles de traction dans la matrice, de compression longitudinale dans la fibre et de cisaillement à l'interface fibre/matrice. Si l'interface fibre/matrice est défectueuse, ces contraintes peuvent conduire à des ruptures microscopiques de cette dernière ou à des déchaussements/décohésions fibres/matrice (figure IV.10). Par contre, si ces contraintes sont très élevées et l'interface fibre/matrice de très bonne qualité ou beaucoup trop rigide, cela peut conduire à des microflambements de fibres (figure IV.10) ou à des microfissures dans la matrice [Parlevliel *et al*, 2007]. Dans la direction radiale à la fibre, le retrait du polymère exerce une contrainte résiduelle de compression sur cette dernière qui peut accentuer les microflambements de fibres, mais renforce l'interface fibre/matrice puisqu'un principe général de la physique (principe de Coulomb) montre qu'une contrainte normale de compression entre deux corps en contact renforce la liaison entre eux en accentuant les frottements. Cependant, en cas de contraintes résiduelles microscopiques très fortes, il est préférable d'avoir des microdéchaussements ça et là pour relaxer une partie de ces contraintes et éviter les microflambements de fibres qui eux sont plus préjudiciables au comportement mécanique. On a donc intérêt d'avoir une interface fibre/matrice forte mais pas trop rigide non plus. La question maintenant est de savoir comment est ce que la vitesse de refroidissement influence ces mécanismes.

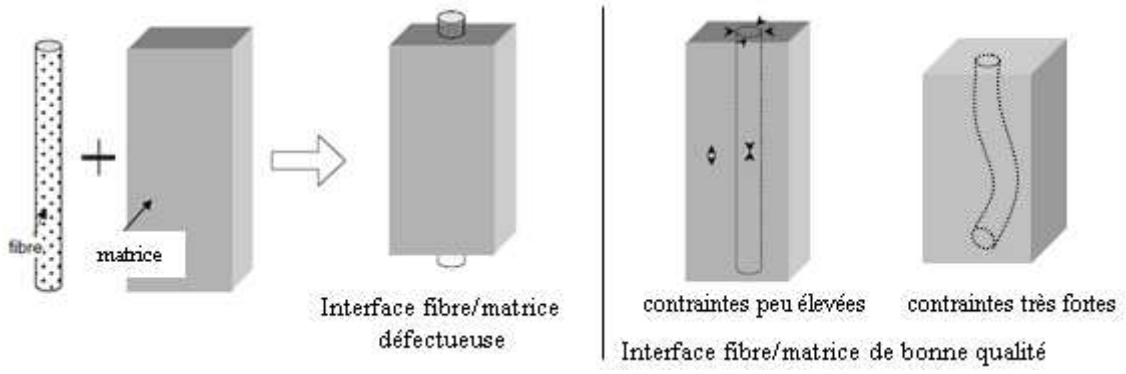


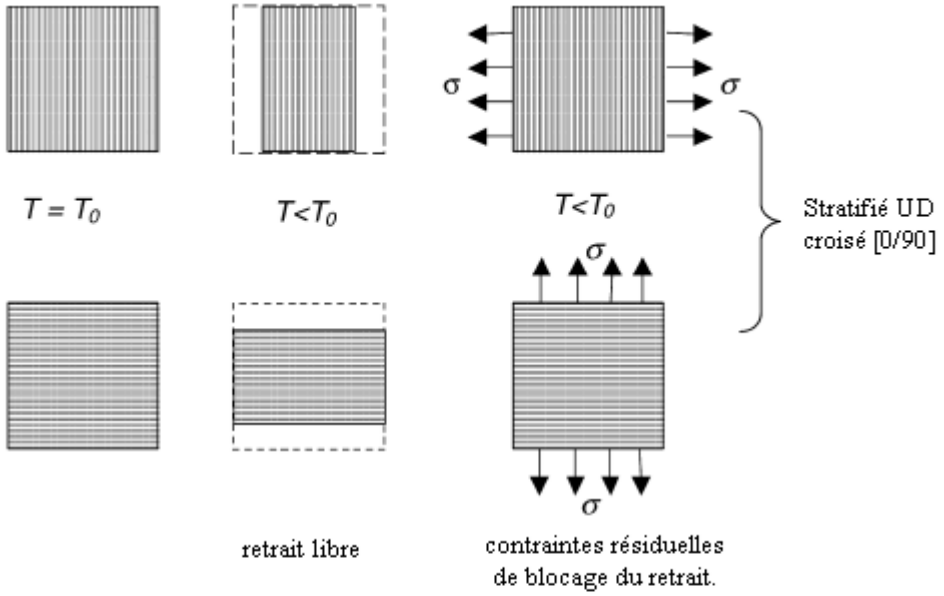
Figure IV. 10. Représentation schématique de l'effet des contraintes résiduelles sur la microstructure des composites à fibres continues.

Dans le composite, c'est la matrice qui est la plus sensible à la température car les températures de mise en forme les plus élevées se situent autour de 400°C alors que les fibres de carbone sont quasiment insensibles aux températures inférieures à 600°C. C'est donc la cinétique du retrait de la

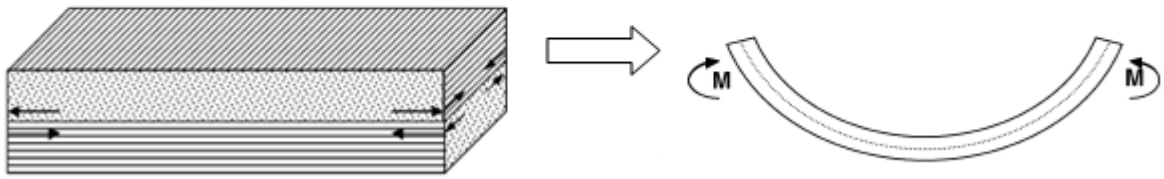
matrice qu'il faut chercher à contrôler avec la vitesse de refroidissement. Les contraintes résiduelles 'définitives' c'est-à-dire celles qui vont persister jusqu'à température ambiante se forment lorsque le polymère est déjà capable de porter une charge mécanique, c'est-à-dire lorsque les chaines n'auront plus assez de liberté et d'énergie pour se mouvoir et les relaxer les contraintes résiduelles préalablement formées. De ce point de vue, on peut donc dire que la température de cristallisation (Tc) qui voit la formation des premiers amas solides définitifs et la température de transition vitreuse (Tg) qui marque le passage de l'état amorphe à l'état vitreux (solide) sont les deux températures critiques pour la formation des contraintes résiduelles dites définitives. Ces dernières auront donc deux sources dont l'une sera due au retrait imposé par la formation de la phase cristalline qui est très dense par rapport à la phase amorphe, et l'autre au retrait à la phase amorphe dont l'ampleur dépend de la quantité de 'volume libre' emprisonné dans le polymère au passage de la Tg. Ainsi, si on refroidit rapidement le composite, les contraintes résiduelles seront dues essentiellement au retrait de la phase amorphe car on aura très peu de cristallites formés mais beaucoup de volume libre emprisonné au passage de la Tg, du fait de la vitesse de refroidissement qui ne laisse pas le temps aux chaines d'occuper des positions stables qui minimisent le volume. A contrario, si on refroidit lentement aura un fort taux de cristallinité du fait que la cinétique de cristallisation a eu tout le temps de s'opérer et très peu de volume libre au passage de la Tg, d'où les contraintes résiduelles seront essentiellement dues à la phase cristalline. Ainsi, pour une matrice amorphe (PEI), un refroidissement lent du composite est bénéfique pour réduire les contraintes résiduelles microscopiques. Par contre dans le cas d'une matrice semi-cristalline (PEEK, PPS), un compromis doit être trouvé entre une vitesse ni trop rapide, ni trop lente. Une possibilité serait par exemple d'effectuer un refroidissement à vitesse variable : une première phase très rapide jusqu'au passage du point de cristallisation afin de limiter le taux de cristallinité, suivie d'une deuxième phase assez lente pour minimiser le volume libre au passage de la Tg.

La seconde échelle de formation des contraintes résiduelles est l'échelle mésoscopique. A cette échelle, les contraintes résiduelles proviennent de l'anisotropie des coefficients d'expansion thermique des plis constituant le stratifié. Le principe de génération de ces contraintes est synthétisé à la figure IV.11. En effet, si on considère par exemple deux plis UD adjacents empilés suivant la séquence [0°/90°], la direction longitudinale du premier pli coïncide avec la direction transverse du second et vice-versa. Or dans un pli UD, les directions hors axe des fibres (transverses) ont plus de capacité de retrait que les directions colinéaires aux fibres (longitudinales). Ainsi, le fait des directions à capacités de retrait équivalents ne coïncident pas sera la principale source de contraintes résiduelles qui seront très violentes au niveau des interfaces entre les plis (contraintes résiduelles interlaminaires). Comme à l'échelle microscopique, si les contraintes générées sont très fortes et l'interface très résistante, cela peut conduire au flambement/flexion de la plaque comme celui illustré à la figure IV.9, à des délaminages prématurés ou encore à des fissures macroscopiques de la matrice [Parlevliel *et al*, 2007]. On constate donc que la séquence d'empilement joue un rôle très important à cette échelle et que les séquences quasi-isotropes et les armures équilibrées sens chaine et trame seront de nature à limiter les contraintes, puisque toutes les directions seront à peu près équivalentes du point de vue du retrait. Pour contrôler ces mécanismes avec la vitesse de refroidissement, le principe reste le même que précédemment puisque le retrait de la matrice reste l'élément moteur pour la génération des

contraintes résiduelles. C'est par conséquent ce retrait qui doit être maîtrisé. La seule différence avec le cas précédent est le fait que la séquence d'empilement et le type d'armure sont des nouveaux paramètres qui rentrent en jeu et dont il faudrait tenir compte.



(a) Principe de formation des contraintes résiduelles dans un stratifié UD croisé



(b) représentation des contraintes dans les 2 plis et génération d'un moment de flexion (M)

Figure IV. 11. Principe de formation des contraintes résiduelles à l'échelle mésoscopique et effets sur la géométrie finale du stratifiés [Parlevliel *et al*, 2006].

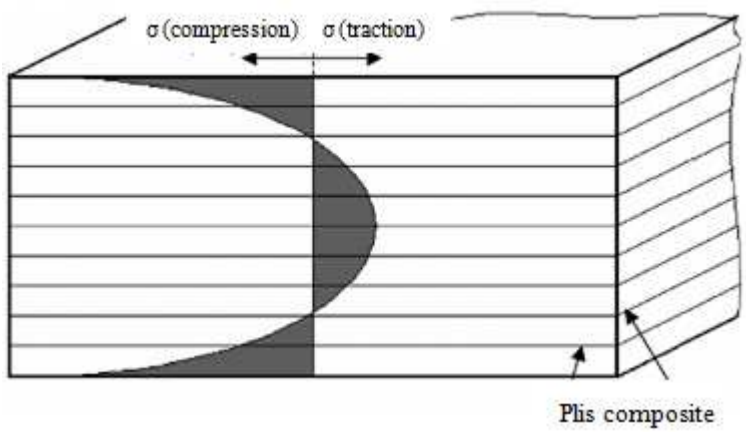


Figure IV. 12. Représentation schématique des contraintes résiduelles de type cœur-peau [Parlevliel *et al*, 2006].

Enfin, à l'échelle de la structure, en plus des précédents mécanismes qui s'opèrent aux échelles micro et mésoscopique, se forment des contraintes résiduelles supplémentaires de type cœur-peau illustrées à la figure IV.12. Ces contraintes proviennent des gradients de vitesse de refroidissement entre le cœur de la pièce et sa périphérie, qui à leur tour génèrent des gradients de cristallinité et de relaxation de la phase amorphe.

En effet, il arrive que le cœur de la pièce soit encore chaud alors que sa périphérie est déjà solidifiée. Le cœur en se refroidissant se rétracte et exerce des contraintes de compression sur les plis externes qui en retour exercent des contraintes résiduelles de traction (principe action-réaction) sur les plis du cœur et dans la zone centrale du stratifié. Les contraintes résiduelles de compression vont crescendo au fur et à mesure qu'on se rapproche de la périphérie, tandis que celles de traction augmentent plutôt lorsqu'on se rapproche du cœur de la pièce. A cette échelle, c'est surtout l'évacuation homogène de la chaleur de la pièce qui constitue la difficulté principale. En général, on montre qu'en dessous de 40 plis d'épaisseur et avec un refroidissement suffisamment lent (0,2°C/min), on réussit à éviter les contraintes résiduelles macroscopiques [Parlevliel *et al*, 2006]. Cependant, pour les structures très épaisses, on a besoin d'un post-traitement thermique 'd'annulation' des contraintes résiduelles macroscopiques, à l'instar du traitement de 'revenu' pratiqué sur les aciers trempés. Ce traitement consiste à porter la pièce composite après moulage à une température plus ou moins élevée et pendant une durée d'autant plus longue que la température 'd'annulation' sera basse. En général, cette température est prise en dessous de la Tg même si cela nécessite un temps plus long que si on était allé au-delà. Cela est préférable dans la mesure où au-delà de la Tg, on risque d'augmenter le taux de cristallinité par post-cristallisation (cristallisation à froid) qui génèrera des contraintes résiduelles supplémentaires. De plus, on risque de modifier les dimensions de la pièce ou même de provoquer son affaissement.

Au terme de cette partie, nous avons fait une description de quelques uns seulement des principaux mécanismes de génération des contraintes résiduelles lors du thermoformage des composites. Beaucoup d'autres sources de contraintes et de distorsions au sein des pièces existent et nous ne pouvions pas toutes les développer ici. On peut citer entre autres le gonflement de la matrice par l'humidité, les gradients de taux de matrice dans l'épaisseur, les géométries incurvées, les contraintes de pression figées dans la pièce qui auront tendance à provoquer son expansion après le démoulage, les interactions outillage (métal)-composite qui engendrent des gradients de déformation entre la peau (collée au moule) et le cœur des pièces du fait des différences de coefficients d'expansion thermique entre l'outil et le composite. Des descriptions très bien détaillées de tous ces mécanismes sont disponibles dans les travaux de Wisnom [Wisnom *et al*, 2006] et Giroud [Giroud, 2001].

IV.5 Conclusion

Au terme de ce chapitre, plusieurs conclusions se dégagent:

Le procédé HPM est un procédé apte à la mise en forme des composites à matrice thermoplastiques dits de hautes performances mécaniques. L'augmentation de la pression de consolidation densifie le matériau et lorsque les autres paramètres sont bien optimisés, elle permet également de réduire les porosités. Tout ceci est de bon augure pour les propriétés mécaniques. Cependant pour que ses effets soient bénéfiques pour les matériaux finaux, celle-ci (la pression de consolidation) doit être adaptée à la viscosité de la matrice et au type d'armure mis en forme. Ainsi, les basses pressions avec des paliers de consolidation un peu plus longs semblent plus adaptées aux prepregs à armures UD et quasi-UD, à fibres craquées et à matrices très visqueuses. Les prepregs à matrice plus fluide comme le PEI du fournisseur 'P' semblent quant à eux plus aptes aux très fortes pressions de consolidation mais avec des durées de palier raccourcies afin de limiter l'essorage.

Un cycle de moulage comprenant un palier intermédiaire de température et de pression parait le mieux à même de fournir des pièces des pièces homogènes avec des fibres correctement imprégnés. Le cas du peek_P_satin nous a clairement montré l'impact positif de ce palier intermédiaire sur la cohésion et la résistance mécanique en traction longitudinale et en cisaillement intralaminaire, signe d'un meilleur transfert de charge fibre/matrice, conséquence d'une meilleure imprégnation.

Les prepregs à armure tissée apparaissent comme les matières de base les plus adaptées à ce procédé, surtout s'il faut réaliser des pièces aux formes complexes et impliquant de grandes déformations. Les observations visuelles et les résultats des essais mécaniques le montrent clairement.

Les renforts UD ou quasi-UD souffrent principalement d'un problème de désalignement des fibres au cours du moulage, faisant chuter les propriétés mécaniques. Ce problème de désalignement ne se pose pas ou très peu dans le cas des satins grâce à leur armure qui limite considérablement les mouvements relatifs des fils/mèches, permettant ainsi de conserver l'orientation voulue. Les prepregs à armures quasi-UD contenant suffisamment de fibres de maintient dans le sens trame permet de réduire en partie ce problème de désalignement. Cependant, la présence de fibres/fils/mèches dans la direction trame affaiblit de façon significative leur module longitudinal et l'équation (IV-2) le prouve.

L'utilisation des mèches à fibres craquées est problématique dans les zones planes car il n'est pas possible de les maintenir sous tension à souhait à cause des surélongations inutiles dans ces zones. Ce défaut de tension des mèches facilite leur entrainement par l'écoulement de la matrice et il en découle des ondulations dans le plan. Cela contribue à faire baisser les propriétés mécaniques de la cuvette dans ces zones planes. L'utilisation de ce type de fibres devrait être optimisée essentiellement dans les zones à formes très complexes et/ou impliquant des grandes déformations comme les coins de valise.

L'origine des prepregs est un paramètre très important à prendre en compte pour caler le procédé. En effet, on remarque de façon systématique que pour une même matrice, les propriétés mécaniques des cuvettes moulées avec les prepregs du fournisseur 'P' sont nettement meilleures que celles réalisées à l'aide des prepregs du fournisseur 'S' pourtant moulées dans les mêmes conditions. Ainsi, un cycle de moulage bon pour un composite à matrice PEEK du fournisseur 'P' par exemple ne sera pas forcément bon adapté pour le même composite à matrice PEEK mais issu du fournisseur 'S'. La faiblesse des propriétés observées sur les cuvettes de fabrication 'S' par rapport à celles de fabrication 'P' réside aussi dans le fait que les cycles ont été optimisés sur les cuvettes de fabrication 'P' puis appliqués aux cuvettes de fabrication 'S'. On aurait pu avoir un comportement inverse si on avait

plutôt optimisé le cycle par rapport aux cuvettes 'S' puis appliqué aux cuvettes 'P'. Il est donc crucial de tenir compte de la spécificité de formulation de chacune des matières mises en œuvre même si ces dernières sont de même nature.

Les vitesses de refroidissement de 3°C/min ne génèrent pas de contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique pour la plupart des cuvettes moulées, exceptées les toutes premières à matrice PEEK dont les vitesses de refroidissement ont été réduites à 0,9°C/min. De façon générale, un refroidissement lent est de nature à réduire les contraintes résiduelles et augmenter le taux de cristallinité dans le cas des stratifiés à matrices semi-cristallines. Cependant, afin de rester dans des temps de cycles raisonnables pour les pièces épaisses, le meilleur compromis semble être un refroidissement rapide suivi d'un post-traitement thermique 'd'annulation' des contraintes résiduelles à une température en dessous de la Tg de préférence.

Pour terminer, nous pouvons dire que la bonne matière de base pour ce procédé est celle ayant une armure proche d'un tissé et imprégné d'une matrice peu visqueuse (viscosité modérée) en température. A l'inverse, le bon procédé pour ces matières est celui dont les cycles de température et de pression contiennent des paliers intermédiaires avant le palier de consolidation qui comme nous l'avons constaté ajoutent un plus indéniable au niveau de la cohésion des matériaux moulés.

Bibliographie.

[Berthelot, 2005]: J. M. Berthelot, Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005

[Carrega et Coll, 2004] : Marc Carrega et Coll. Matériaux industriels, matériaux polymères, édition Dunod, 2004.

[Fujihara K. *et al*, 2004] : K. Fujihara *et al*. "Influence of processing conditions on bending property of continious carbon fiber reinforced PEEK composites". Composites Science and Technology 64, p. 2525-2534, 2004.

[Giroud, 2001] : Thomas Giroud. Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011

[Hong-Ming *et al*, 1994]: Hong-Ming Lin *et al*. " Effects of high pressure on the crystallization and mechanical properties of carbon-fibre-reinforced poly (ether ether ketone) laminated composites". Composites Science and Technology 52, pp. 407-416, 1994.

[Jar *et al*, 1991]: P. –Y. B. Jar *et al*. "A study of the effect of forming temperature on the mechanical behaviour of carbon-fibre/PEEK composites". Composites Part A 38, pp. 1581-1596, 2007.

[Mitschang *et al*, 2003]: P. Mitschang *et al*. "Processing technologies for continuous fibre reinforced thermoplastics with novel polymer blends". Composites Science and Technology 63, pp. 2099–2110, 2003.

[Parlevliet *et al*, 2006]: P. P. Parlevliet *et al*. "Residual stresses in thermoplastic composites – A study of literature- Part I: Formation of residual stresses". Composites Part A 37, pp. 1847-1857, 2006.

[Parlevliet *et al*, 2007]: P. P. Parlevliet *et al*. “Residual stresses in thermoplastic composites – A study of literature- Part III: Effects of thermal residual stresses”. Composites Part A 38, pp. 1581-1596, 2007.

[Wisnom *et al*, 2006]: M. R. Wisnom *et al*. “Mechanisms generating residual stresses and distortion during manufacture of polymer-matrix composite”. Composites Part A 37, pp. 522-529, 2006.

Chapitre V :
Caractérisation du comportement non linéaire du composite carbone/PEEK satin 5.

RESUME : *l'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence grâce à des essais bien choisis les non linéarités du comportement mécanique des stratifiés moulés afin d'en déduire le type de modèle le plus en même de les décrire. Dans l'impossibilité d'étudier tous les matériaux de l'étude qui sont très nombreux, le stratifié carbone/PEEK satin 5 a été retenu comme exemple d'application. Ainsi des essais de fluage, de cisaillement plan (traction à 45°) et de charge-décharge à différentes vitesses de sollicitation ont été effectués sur ce matériau.*

Les résultats montrent un comportement de type élastique endommageable dans les directions chaîne et trame parallèles aux fibres. Cela n'est en aucun cas une surprise puisque dans ces directions, le comportement mécanique du matériau est contrôlé par les fibres. Par contre en cisaillement où le comportement est dominé par la matrice, on met en évidence un comportement de type élasto-viscoplastique endommageable. Ce résultat est également en accord avec ceux de l'abondante littérature sur l'étude du comportement non linéaire des composites à matrice PEEK. Ce type de comportement est également prévisible pour les autres stratifiés satin à matrices thermoplastiques comme le PPS et le PEI à quelques différences près des paramètres de la loi de comportement. Ces paramètres seront identifiés dans un chapitre ultérieur et éventuellement injectés dans le calcul des pièces composites.

V.1 Introduction 110
V.2 Les essais de charge-décharge. 110
V.2.1 Les moyens d'essai. 111
V.2.1.1 Comportement dans le sens chaîne/longitudinal. 111
V.2.1.2 Comportement en cisaillement plan (traction 45°) 113
V.3 Les essais de fluage 116
V.3.1 Les moyens d'essai. 116
V.3.2 Résultats et analyses 116
V.4 Choix du modèle de comportement. 117
V.4.1 Comportement dans les directions chaîne et trame 117
V.4.2 Comportement en cisaillement plan. 118
V.4.2.1 L'endommagement. 118
V.4.2.2 La viscoélasticité. 118
V.4.2.3 La plasticité et la viscoplasticité. 118
V.5 Conclusion 120

V.1 Introduction

S'il est vrai que la quasi-totalité des calculs de dimensionnement des composites pratiqués par les ingénieurs s'opèrent dans le domaine élastique, il n'en demeure pas moins utile d'investiguer ce qui se passe au-delà. En effet, dans un souci de réduction des coefficients de sécurité, il est important de savoir quel degré de résistance offrirait ces matériaux en cas de dépassement du domaine élastique afin de dimensionner au plus près de leurs capacités. Dans le cas des métaux par exemple, la finesse atteinte dans la prédiction du comportement non linéaire a permis de réduire de façon significative les coefficients de sécurité qui leur étaient appliqués. En effet, la garantie était obtenue sur le fait que la rupture de la pièce ne serait pas catastrophique et laisserait le temps nécessaire à une intervention. Dans le cas des composites à fibres continues, la modélisation du comportement non linéaire a beaucoup progressé ces dernières années mais reste très peu prise en compte par les ingénieurs lors des dimensionnements. Cela est dû au caractère beaucoup plus fragile et donc aléatoire de ces derniers par rapport aux métaux, à la complexité des mécanismes mis en jeu notamment du fait de l'anisotropie, et enfin au caractère relativement nouveau de ces matériaux par rapport aux métaux et qui est source d'appréhensions. Nous allons dans la suite présenter les différents essais menés dans le but de faire ressortir les différents types de non linéarités intervenant dans le matériau choisi. Ensuite, sur la base de ces éléments, le choix d'un modèle à même de bien les décrire sera opéré et ses paramètres seront identifiés ultérieurement dans la partie numérique de cette thèse.

Par ailleurs, avant de passer à la description et à l'interprétation des résultats des différents essais différents essais, il faut rappeler que la stratifié carbone/PEEK satin 5 (peek_P_satin) qui sera étudié dans ce chapitre a ses 2 directions principales du plan qui sont équivalentes (car satin équilibré sens chaîne et trame) et dont le comportement est dominé par les fibres. Ainsi, on s'attend logiquement comme le montre les résultats de caractérisation quasi-statique de ce matériau au chapitre III à un comportement de type élastique avec des non linéarités provenant essentiellement des différents endommagements tels que la rupture des fibres, la fissuration de la matrice ou encore le délaminage. Par contre en cisaillement plan, en plus des endommagements précédemment cités, on a de la plasticité comme l'illustre les courbes de cisaillement plan au chapitre III et des possibles effets de viscosité (viscoplasticité et viscoélasticité) que nous vérifierons justement tout au long de ce chapitre. Dans la suite, nous nous appesantirons essentiellement sur le comportement en cisaillement plan qui est finalement le seul où se manifeste la plasticité.

V.2 Les essais de charge-décharge

L'essai de charge-décharge est un essai de base simple et très efficace car il permet dans un premier temps d'investiguer le type de non-linéarités intervenant dans le comportement des matériaux, qu'ils soient métalliques ou composites. Nous l'avons donc mis en œuvre afin d'avoir une première idée sur les éventuelles non linéarités possibles avant de les confirmer par la suite par des essais plus spécifiques.

V.2.1 Les moyens d'essai

L'essai mis en œuvre est une suite de cycles de charge(traction)-décharge dont chacun d'eux s'opère en trois temps (figure V.1) : la première phase (1) consiste à solliciter le matériau en traction jusqu'à une charge maximale donnée. La seconde phase (2) consiste à la décharger complètement à la même vitesse que lors de la charge. Après la décharge complète de l'éprouvette, la troisième étape (3) consiste à laisser un laps de temps de 30 minutes avant de passer à un nouveau cycle de charge-décharge à l'échelon suivant. Le matériau de l'étude a été sollicité dans le sens chaîne (équivalent au sens trame de notre tissu) et en cisaillement plan (traction 45°). Les éprouvettes sont préparées exactement comme indiqué au chapitre III et les essais se déroulent également comme cela y a été décrit.

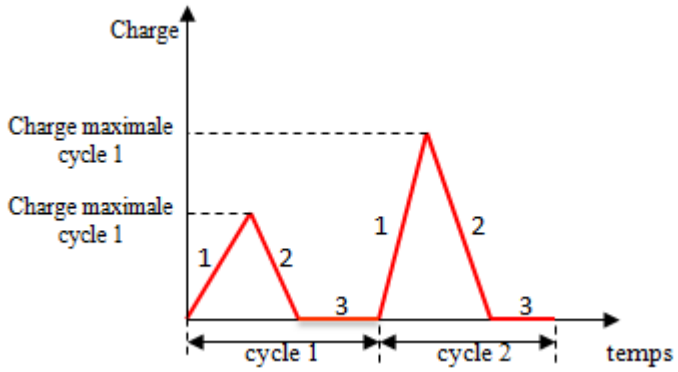


Figure V. 1. Principe du déroulement de l'essai de charge décharge.

V.2.1.1 Comportement dans le sens chaîne/longitudinal

La figure V.2 représente les essais de charge-décharge sur les éprouvettes de traction chaîne sollicitées à deux vitesses de chargement différentes, 1,5 MPa/s et 3 MPa/s. On constate que le comportement reste globalement élastique aux deux vitesses. En comparant les courbes obtenues, on remarque tout de même un léger effet de vitesse (viscosité) qui peut paraître surprenant puisque la sollicitation est appliquée dans la direction des fibres. On peut attribuer cela à un effet de l'armure induit par la viscosité de la matrice.

En effet, dans l'armure tissée, on a des enchevêtrements de fils/mèches de chaîne et de trame qui créent des ondulations. Ainsi, lors de la sollicitation en traction des fils de chaîne, les fils de trame sont aussi sollicités par la pression qu'exercent les fils de chaîne sur eux dans leur direction transverse (perpendiculaire aux fibres). La matrice contribue donc de façon directe au comportement en sens longitudinal du tissu, d'où le léger effet visqueux observé sur les courbes de notre satin. Dans le cas d'un matériau UD sollicité dans le sens longitudinal, on aurait obtenu des courbes identiques à celles obtenues à 3MPa/s sur le tissu, c'est-à-dire des courbes bien superposées et ceci quelque soit la vitesse de sollicitation. Cela est d'ailleurs vérifié à la figure V.3 où les courbes du stratifié quasi-UD peek_S_QUD sollicité dans le sens longitudinal à 1,5 MPa/s se superposent parfaitement. Les boucles

de dissipation plus nettes dans le sens transverse de ce matériau UD ne sont en aucun cas une surprise car leur comportement dans cette direction est contrôlé par la matrice.

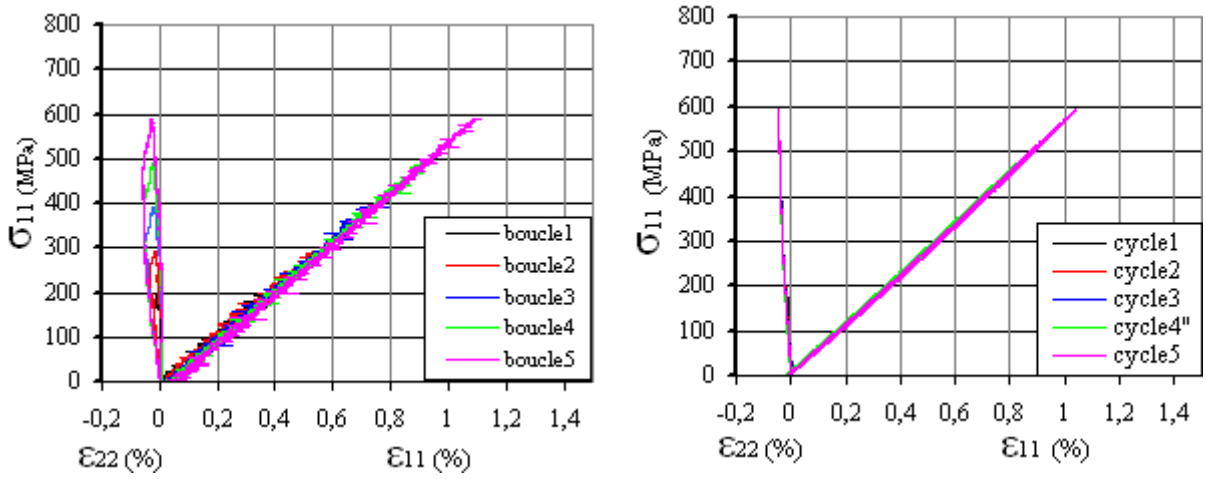


Figure V. 2. Courbes expérimentales en charge-décharge des éprouvettes de traction chaîne du stratifié peek_P_satin sollicitées de de 200 à 600 MPa, avec des paliers de 10 MPa et à 1,5 MPa/s (à gauche) et 3MPa/s

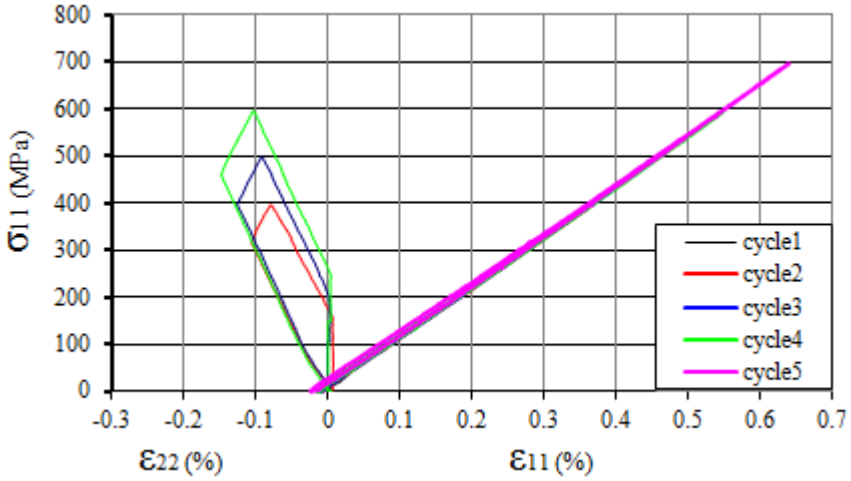


Figure V. 3. Comportement en charge décharge du peek_S_QUD sollicité dans la direction longitudinale, de 300 à 700 MPa avec palier de 100 MPa et à 1.5 MPa/s .

Finalement, en se basant sur les résultats de la figure V.2, on peut affirmer que les non-linéarités en traction chaîne ou trame seront essentiellement liées à des endommagements, notamment les ruptures de fibres et les fissurations transverses des mèches de trame. La figure V.4 illustre un exemple de fissure transverse dans les mèches de trame de notre matériau observé au microscope optique après des charge-décharges en traction chaîne jusqu'à 600MPa.

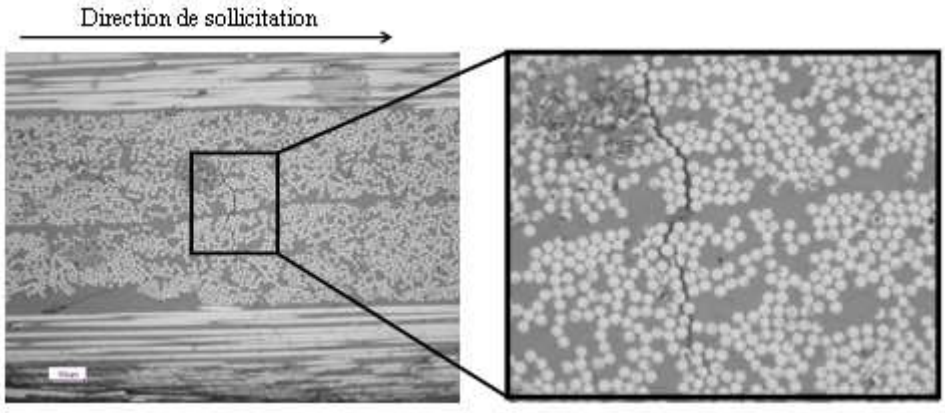


Figure V. 4. Microscopie optique de la zone centrale de l'éprouvette peek_P_satin sollicitée dans le sens chaîne après charge-décharge de 200 à 600MPa avec des paliers de 100 MPa et chargé à 1,5MPa/s

V.2.1.2 Comportement en cisaillement plan (traction 45°)

La figure V.5 illustre les courbes expérimentales obtenues en cisaillement plan à deux vitesses de chargement différentes d'un facteur 10 (0,1MPa/s et 1MPa/s). L'observation de ces courbes permet d'identifier trois phénomènes non-linéaires indiscutables : ce sont la plasticité, marquée par la présence des déformations irréversibles, la viscoélasticité identifiable sur les cycles par le retour élastique à charge nulle (réversibilité retardée) et enfin l'endommagement illustré par les chutes de pentes (modules) en décharge des cycles. Par ailleurs, au vue des larges hystérésis observées, sur les figures, on pourrait à juste titre soupçonner de la viscoplasticité. Cependant ceci reste à confirmer.

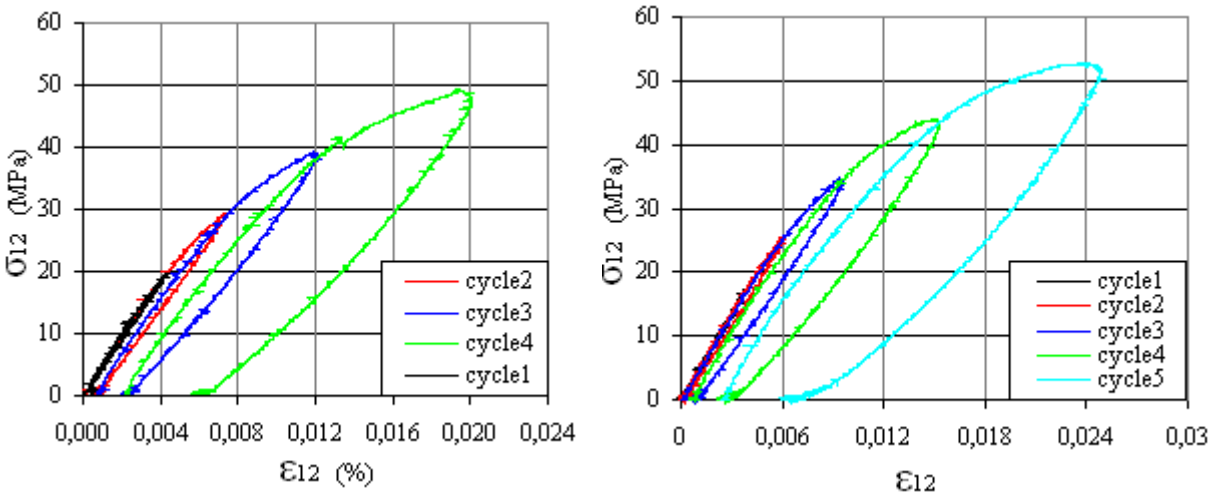


Figure V. 5. Courbes de charge-décharge en cisaillement plan du stratifié peek_P_satin : à gauche, chargement à 0,1MPa/s, de 20 à 50 MPa avec des paliers de 10 MPa ; à droite, chargement à 1MPa/s, de 25 à 55 MPa avec des paliers de 10 MPa.

Une façon efficace de mettre en évidence la viscoplasticité (plasticité différée) d'un matériau consiste à superposer les courbes d'essais de charge-décharge obtenues à deux vitesses de chargement

différentes. On verrait alors que pour un même palier de chargement, l'aire balayée par le cycle à plus basse vitesse serait plus large que celle du cycle à grande vitesse, traduisant ainsi le fait que plus la vitesse de charge est élevée, plus le retard à la plasticité est important et plus étroite est la surface balayée. Bonnet [Bonnet, 2005] et Bassery [Bassery, 2011] ont clairement mis en évidence cette observation respectivement dans le cas des composites UD à fibres de verres et à matrice polypropylène, et des composites satins 5 à fibres de carbone et matrice PPS. Comme nous sommes dans l'impossibilité de comparer directement nos courbes puisqu'elles n'ont pas été établies avec des paliers de charges identiques, nous avons choisi de représenter à la figure V.6 l'évolution des contraintes de paliers en fonction de la déformation irréversible. De plus, des essais de cisaillement plan à vitesses de déformation contrôlées ont été effectués afin révéler encore mieux les effets de vitesse. Les résultats obtenus sont également illustrés à la figure V.6.

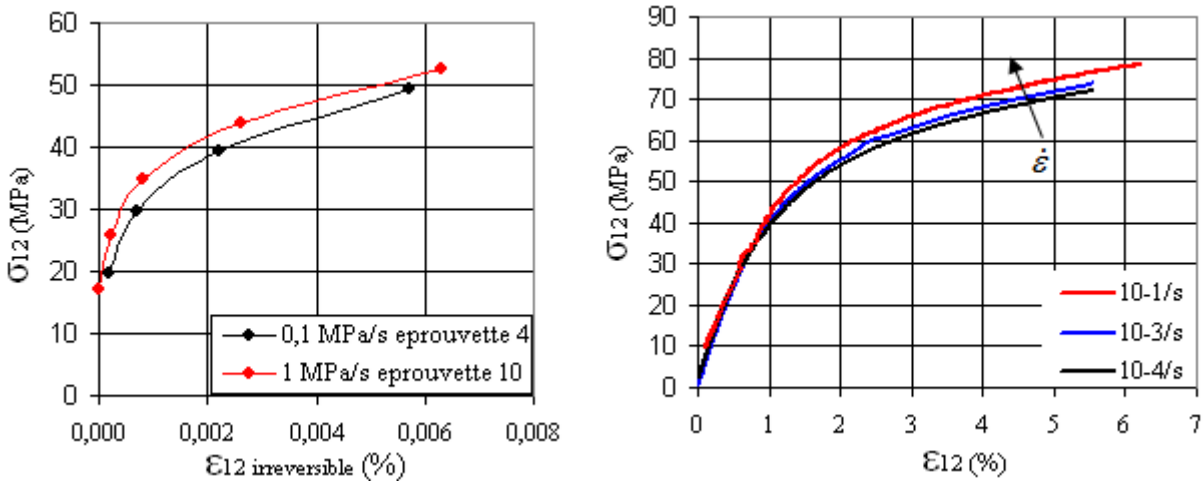


Figure V. 6. Courbes d'écrouissage (à gauche) et effet de la vitesse de chargement sur le comportement en cisaillement plan du stratifié peek_P_satin.

L'observation des courbes d'écrouissage (figure V.6) permet de constater qu'à contraintes (de cisaillement) égales, l'éprouvette chargée à 0,1MPa/s présente une déformation irréversible plus élevée que celle de l'éprouvette sollicitée 10 fois plus vite. On a là une bonne illustration du retard à la plasticité caractéristique de la viscoplasticité. De plus, on remarque un phénomène d'écrouissage (durcissement du matériau par déformation plastique) qui semble non linéaire dans un premier temps puis linéaire dans la suite. La figure de droite quant à elle n'est qu'une confirmation de plus qui montre la présence de viscoplasticité. Les effets de vitesse y sont clairement visibles avec l'augmentation de la contrainte d'écoulement lorsque la vitesse de déformation augmente.

Concernant l'endommagement, nous avons choisi pour le mettre en évidence une approche développée à l'origine pour les métaux et basée sur l'équivalence en déformation [Besson *et al*, 2001] de l'effet des dommages sur le comportement macroscopique du matériau. D'après cette approche, on définit le tenseur de contraintes effectives ($\tilde{\sigma}$) au sein du matériau endommagé comme celui qu'il faudrait appliquer au matériau sain pour qu'il se déforme de la même façon que le matériau endommagé. Cela traduit tout simplement le fait qu'à niveau de charge identique, les contraintes dans

le matériau endommagé sont bien plus élevées que dans le matériau sain du fait de la réduction de la section résistante par les porosités et les fissures. Partant de cette définition, on déduit la relation (V-1) qui lie la contrainte effective du matériau endommagé à celui du matériau sain (σ) à charge égale.

$$\tilde{\sigma} = \frac{S}{\tilde{S}} \cdot \sigma = \frac{\sigma}{1-D} \qquad \text{(V-1).}$$

Dans cette équation, *S* représente la section du matériau sain, $\tilde{S}$ la section effectivement résistante du matériau endommagé et *D* une variable d'endommagement. En écrivant l'égalité des déformations du matériau sain de module *E* (G_{12} en cisaillement) subissant une contrainte effective $\tilde{\sigma}$ et du matériau endommagé de module effectif $\tilde{E}$ ($\tilde{G}_{12}$ en cisaillement) subissant la contrainte σ permet d'établir la relation (V-2) de l'expression de la variable *D* en fonctions des modules des matériaux sain et endommagés.

$$\frac{\tilde{\sigma}}{E} = \frac{\sigma}{\tilde{E}} \quad \Rightarrow \quad D = 1 - \frac{\tilde{E}}{E} = 1 - \frac{\tilde{G}_{12}}{G_{12}} \qquad \text{(V-2).}$$

A l'aide des courbes de la figure V.5, on peut mesurer le module du matériau sain ou module initial et pour chaque échelon de contrainte, on peut mesurer le module effectif donné par la pente de la courbe en décharge. On obtient alors les résultats de la figure V.7 où est représentée l'évolution de la variable d'endommagement en fonction de la contrainte appliquée.

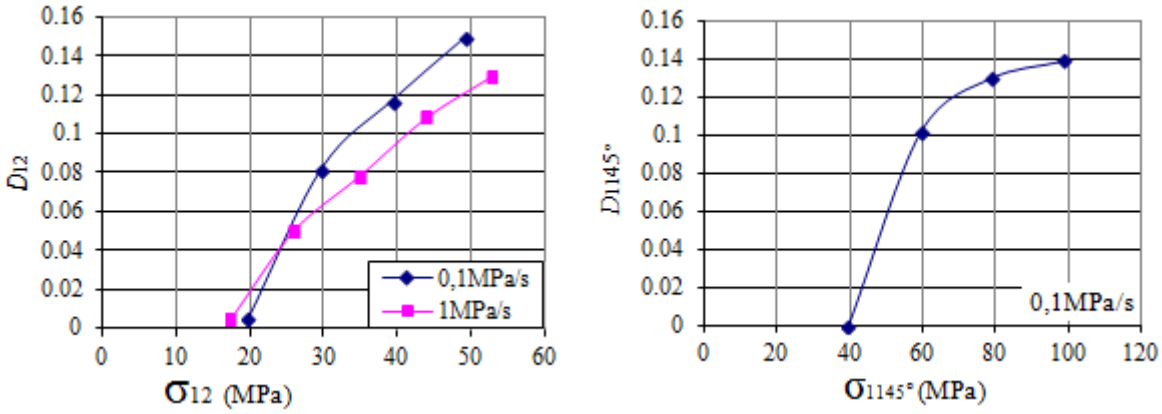


Figure V. 7. Variable d'endommagement en fonction de la contrainte : à gauche valeurs calculées à partir de la mesure des modules de cisaillement ; à droite valeurs issues des modules de traction des éprouvettes à 45°.

Lorsqu'on observe les courbes de la figure V.7, on constate que l'endommagement du matériau commence à peu près à 20 MPa de contrainte de cisaillement (σ_{12}) ou 40 MPa de contrainte longitudinale de l'éprouvette orientée à 45° ($\sigma_{1145°}$). Cette valeur constitue le seuil d'endommagement. Sur l'image de gauche calculée à partir des modules de cisaillement, on remarque que le taux de dommage semble croître plus vite dans l'éprouvette sollicitée à plus basse vitesse. Une explication possible à cette observation est le fait que plus la vitesse de sollicitation est élevée, plus il faut de l'énergie (plus d'effort) pour générer de l'endommagement à cause de la viscosité. Il est donc possible que l'évolution de l'endommagement soit liée à la vitesse mais, cela reste une possibilité parmi tant

d'autres qui doit encore être vérifiée. Enfin, malgré le nombre réduit de points dont nous disposons, on peut constater que le taux d'endommagement semble croître vers un palier de saturation, ce qui est mieux illustré sur l'image de droite calculée à partir des modules longitudinaux des éprouvettes orientées à 45°. Cette évolution est en accord avec le fait que le niveau d'endommagement du composite arrivera à un moment ou à un autre à saturation.

V.3 Les essais de fluage

V.3.1 Les moyens d'essai

L'essai de fluage consiste à soumettre une éprouvette à une charge constante puis à mesurer l'évolution de la déformation dans le temps. C'est un essai typique utilisé pour caractériser le comportement viscoplastique des matériaux. Nous l'avons mis en œuvre uniquement en cisaillement en se basant sur les résultats obtenus en charge-décharge qui ont montré de la viscoplasticité uniquement dans ce mode de sollicitation. Les éprouvettes sont identiques à celles utilisées précédemment. Elles sont chargées à une vitesse de 2mm/min jusqu'à un certain pourcentage de la contrainte à rupture, puis maintenues à cette charge pendant une quarantaine d'heures au moins. Les contraintes de fluage retenues sont 30%, 40%, 43% et 50% de la contrainte nominale à rupture de l'éprouvette orientée à 45° qui s'élevait à 280MPa. Nous avons retenu ces pourcentages assez faibles afin de se placer dans une situation où on aurait le moins de fissures possible et éviter ainsi une éventuelle pollution de la déformation différée par la propagation de fissures. La déformation différée pourra alors être attribuée uniquement à de la viscoplasticité.

V.3.2 Résultats et analyses

Sur les courbes de figure V.8, on constate qu'on a bien du fluage. On note une augmentation de la déformation malgré le maintien d'une charge constante. On reconnait également sur les courbes les 2 premières étapes du phénomène puisqu'on n'est pas allé jusqu'à rupture pour pouvoir observer la troisième et dernière. La première phase assez rapide est le fluage dit primaire, qui correspond à la diminution progressive de la vitesse de déformation (pente de la courbe). La seconde phase, dite de fluage secondaire, correspond à une vitesse de déformation (pente de la courbe) constante. C'est cette seconde étape où le phénomène atteint son régime permanent/stationnaire est celle qui nous intéresse. On peut également remarquer que la vitesse de fluage augmente avec le niveau de contrainte appliquée, comme le montre les valeurs des pentes de la seconde phase résumées au tableau V.1. Il existe une troisième et dernière phase du fluage appelée fluage tertiaire correspondant à l'étape où la vitesse de déformation recommencerait à augmenter jusqu'à la rupture finale du matériau. Nous n'avons pas cette dernière phase sur nos courbes car comme je l'ai mentionné, notre intérêt portait sur le fluage secondaire. De plus, aller jusqu'à la rupture en fluage nous aurait demandé un temps extrêmement long au regard des faibles niveaux de contraintes appliquées.

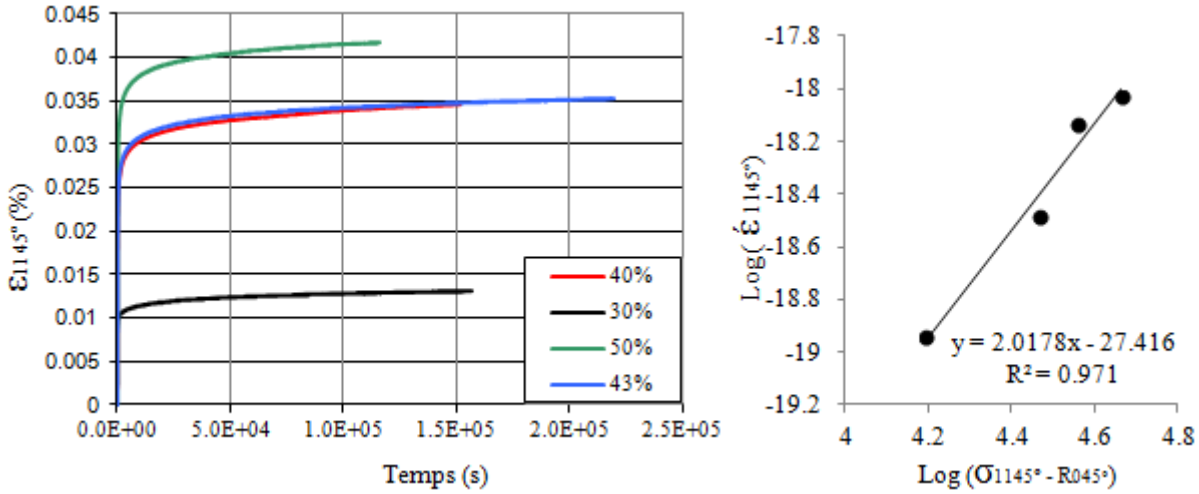


Figure V. 8. Courbes de fluage en cisaillement plan à 25°C (à droite) et évolution de la vitesse de fluage secondaire en fonction de la contrainte appliquée représentée en échelle logarithmique.

Contraintes appliquées (en pourcentage de la contrainte à rupture)	**vitesse (s^{-1})**
30%	6.00E-09
40%	9.00E-09
43%	1.30E-08
50%	1.50E-08

Tableau V.1. Vitesses de fluage secondaire aux différents niveaux de contraintes appliqués.

V.4 Choix du modèle de comportement.

V.4.1 Comportement dans les directions chaîne et trame

Nous avons clairement montré que la seule source de non linéarités dans ces directions était l'endommagement, notamment la rupture des fibres et la fissuration transverse de la matrice. Modéliser un tel comportement reviendra à créer une variable d'endommagement D_{11} (ou D_{22}) qui affectera les modules longitudinal et transverse sous la même forme de l'équation (V-2). Cependant, pour marquer le caractère fragile de la rupture des fibres, cette variable prendra uniquement 2 valeurs possibles : la valeur 1 en cas de rupture de fibre et 0 dans le cas contraire. Le modèle prend la forme donnée par la relation (V-3), où X est la charge subie par l'élément de matière et Xc la charge critique au-delà de laquelle la rupture des fibres y intervient. Cette charge critique est généralement assimilée à la charge à rupture en traction/compression longitudinale. Dans la réalité, la rupture de la fibre dans le composite n'entraine pas une perte totale de résistance mécanique du fait de la présence de la matrice. Cependant, la fibre l'élément essentiel qui supporte les efforts, on peut admettre cette hypothèse.

$$\tilde{E}_1 (ou\ \tilde{E}_2) = E_1 (1 - D_{11}) \quad avec \quad D_{11} = \begin{cases} 1 \ \ si\ X > X_C \\ 0 \ \ si\ X \le X_C \end{cases} \tag{V-3}$$

V.4.2 Comportement en cisaillement plan

En cisaillement, plusieurs phénomènes non linéaires que nous ont révélés les différents essais sont à modéliser. Ce sont l'endommagement, la viscoélasticité et la plasticité et la viscoplasticité.

V.4.2.1 L'endommagement

L'endommagement va affecter le comportement en cisaillement du matériau suivant une loi analogue à l'équation (V-3). La seule différence est que la variable d'endommagement en cisaillement D_{12} dont l'évolution est donnée par les courbes de la figure V.7 sera une fonction continue de la contrainte de cisaillement. Dans la réalité, cette variable ne dépend pas de la seule contrainte de cisaillement puisque une sollicitation du tissu en sens chaîne/trame) génère des microfissures de la matrice dans les fils/mèches de trame/chaîne (comme le montre la figure V.4) qui ont des conséquences sur le comportement en cisaillement du matériau. En toute rigueur, il aurait fallu introduire une dépendance de la variable D_{12} aux contraintes σ_{11} et σ_{22} dans les directions chaîne et trame via des coefficients de couplage traction-cisaillement, comme l'a fait Hochard [Hochard *et al*, 2000] pour le cas des composites tissés justement. Cependant, dans une approche que nous voulons pragmatique, nous faisons l'hypothèse de l'indépendance des comportements en traction et en cisaillement afin d'une part de limiter le nombre de paramètres à évaluer, et d'autre part d'avoir un modèle le plus fluide possible applicable à une structure réelle. L'équation (V-4) résume le comportement élastique endommageable en cisaillement plan.

$$\tilde{E}_{145^\circ} = E_{145^\circ}(1 - D_{1145^\circ}) \text{ ou } \tilde{G}_{12} = G_{12}(1 - D_{12}) \text{ où } D_{1145^\circ} \text{ (ou } D_{12}) \text{ fonction de } \sigma_{1145^\circ} \text{ (ou } \sigma_{12}) \quad \text{(V-4)}$$

V.4.2.2 La viscoélasticité

Elle a été mise en évidence par le retour élastique observé après décharge complète de l'éprouvette. Cependant en analysant les courbes obtenues et les données, le pourcentage de viscoélasticité par rapport à la viscoplasticité est très faible et cette part de viscoélasticité diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Dans une approche simple celle-ci peut être négligée.

V.4.2.3 La plasticité et la viscoplasticité

D'après les courbes de la figure V.7, la plasticité/viscoplasticité du matériau n'est pas parfaite mais génère un écrouissage (durcissement du matériau dû à la déformation plastique) qu'il faut modéliser. L'écrouissage des matériaux est généralement composé de la somme de deux contributions:

La première dite écrouissage isotrope et notée R représente la part de durcissement irréversible du matériau, c'est-à-dire que cet écrouissage une fois qu'il a eu lieu est conservé quel que soit le trajet de la sollicitation future (d'où le qualificatif isotrope). Cette contribution correspond à une augmentation du rayon du domaine élastique (ou surface de charge). L'écrouissage isotrope comme son nom l'indique est beaucoup plus apte à décrire les matériaux isotropes et a d'ailleurs été développé à la base pour les métaux. Cependant, dans la mesure où notre modèle de viscoplasticité est uniaxial (puisque la viscoplasticité n'a été mise en évidence qu'en cisaillement plan), nous pouvons l'utiliser dans ce cadre même s'il n'est pas fait à la base pour les matériaux anisotropes.

La seconde contribution dite écrouissage cinématique et notée *X* représente quant à elle la part de durcissement anisotrope et réversible du matériau. Une bonne manière de mettre ce type d'écrouissage en évidence est la réalisation d'un essai de traction-compression (traction suivie de compression). En effet, on verra que la limite d'élasticité en compression après traction est plus faible que celle obtenue en compression sans traction préalable. On a donc l'impression que la traction préalable écrouit le matériau dans sens de la traction (augmentation de la limite d'élasticité) mais l'adoucit dans le sens de la compression (diminution de la limite d'élasticité). C'est l'effet Bauschinger [Lemaitre & Chaboche, 1985], [Besson *et al*, 2001] qui traduit tout simplement le fait que le centre de la surface de charge s'est déplacé dans le sens de la traction tout en gardant son aire constante. L'écrouissage cinématique est donc fortement lié au trajet de chargement et l'écrouissage du matériau dans une direction n'est pas définitif puisqu'un autre trajet de sollicitation peut la modifier voire l'annuler. Cette contribution correspond à un déplacement du centre de la surface de charge (domaine d'élasticité) tout en gardant son rayon constant [Lemaitre & Chaboche, 1985], [Besson *et al*, 2001].

De ces deux contributions au durcissement du matériau, l'écrouissage cinématique est celui qui se rapproche le plus de la réalité car la plupart des matériaux présente une forte anisotropie d'écrouissage. De plus, l'écrouissage cinématique est prédominant dans le cas des petites déformations par rapport à l'écrouissage isotrope qui lui est prédominant en grandes déformations (>10%) [Besson *et al*, 2001]. Pour décrire ces deux écrouissages, nous avons opté pour un modèle d'écrouissage non linéaire de type Chaboche [Besson *et al*, 2001] donné par les expressions (V-5), où C, D, Q et b sont les paramètres du modèle, p étant la déformation plastique cumulée. Ces expressions paraissent adaptées à notre cas dans la mesure où les courbes de la figure V.6 nous montrent bien un écrouissage non linéaire dans un premier temps et qui semble linéaire par la suite.

$$X = (C/D)(1-\exp(-D\varepsilon^p)) \quad \text{et} \quad R = Q(1-\exp(-bp)) \tag{V-5}$$

Pour décrire la viscoplasticité, nous avons opté pour la loi de Norton généralisée qui est largement décrite dans la littérature [Lemaitre & Chaboche, 1985], [Besson *et al*, 2001]. Cette loi décrit la vitesse d'écoulement viscoplastique ($\dot{\varepsilon}^p$) comme une fonction puissance de la charge efficace responsable de l'écoulement viscoplastique (*f(σ,X,R)*). Elle est donnée par l'équation (V-6), où *K* et *n* sont les paramètres à identifier qu'on nomme respectivement coefficient de résistance plastique et exposant d'écrouissage, et R_{012} est la limite élastique en cisaillement du matériau.

$$\dot{\varepsilon}^p = \left(\frac{f(\sigma, X, R)}{K}\right)^n \quad \Rightarrow \quad \dot{\varepsilon}_{12}^p = \left(\frac{(\sigma_{12} - R_{012}}{K}\right)^n \quad \text{pour le fluage en cisaillement plan} \tag{V-6}$$

Le couplage viscoplasticité-endommagement se fera de façon automatique avec la notion de contrainte effective donnée par l'équation (V-1). Ainsi, la fonction de charge sera fonction de la contrainte effective et l'équation (V-6) devient (V-7)

$$\dot{\varepsilon}^p = \left(\frac{f(\tilde{\sigma}, X, R)}{K}\right)^n \quad \Rightarrow \quad \dot{\varepsilon}_{12}^p = \left(\frac{\tilde{\sigma}_{12} - R_{012}}{K}\right)^n \tag{V-7}$$

Le choix de ces lois d'écrouissage et de viscoplasticité est également motivé par le fait que ces lois sont déjà implémentées dans le code de calcul par éléments finis ZéBuLon développé au sein du laboratoire (Centre des Matériaux P. M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris) et que nous utilisons pour nos calculs et simulations. De plus, ces lois ont été utilisées par Bonnet [Bonnet, 2005] dans le cas du composite UD verre/polypropylène et par Bassery [Bassery, 2011] dans le cas du carbone/PPS satin 5 avec des résultats très satisfaisants, d'où l'idée de les appliquer au cas carbone/PEEK dont la matrice est de la même famille (thermoplastique). Par ailleurs, plusieurs auteurs se sont déjà penchés sur le cas spécifique du comportement non linéaire des composites carbone/PEEK à fibres continues ([Thiruppukuzhi et Sun, 2001], [Sun & YOON, 1991], [Gates & Sun, 1991]). Ils ont montré que ces derniers présentaient un comportement de type élasto-viscoplastique en cisaillement qu'ils modélisent à l'aide des modèles de Norton généralisé ou des lois puissance très proches de la loi de Norton.

Enfin pour terminer, il est possible d'obtenir une première approximation des paramètres n et K de la loi de Norton généralisée, qui seront optimisés et affinés numériquement dans un chapitre ultérieur. Ainsi, en traçant sur une échelle l'évolution de la vitesse de déformation irréversible en fonction de la contrainte efficace d'écoulement viscoplastique (figure V.8), on obtient une première approximation des paramètres K et n qui valent respectivement environ 81801 MPa.s et 2. Comme je l'ai mentionné, ces valeurs serviront juste de variables d'entrée pour l'optimisation numérique qui interviendra dans un prochain chapitre.

V.5 Conclusion

Au terme de ce chapitre, nous avons identifié les différents types de comportement du stratifié peek_P_satin et les modèles susceptibles de les décrire avec précision. Ainsi, dans les directions chaîne et trame où le comportement est dominé par les fibres, le matériau sera décrit par une loi élastique endommageable. En cisaillement par contre, la matrice joue un rôle prépondérant et un comportement de type élasto-viscoplastique endommageable a été clairement mis en évidence. Nous avons fait fi de la viscoélasticité qui était tout de même présente mais que nous avons choisi d'ignorer d'une part à cause de sa contribution négligeable et d'autre part pour simplifier le modèle.

Par ailleurs dans ce chapitre, il n'était pas question de se lancer dans une étude hyper fine du comportement non linéaire de ce matériau sur lequel la littérature abonde et dont on pouvait prévoir le type de comportement à l'avance en se basant sur ces travaux antérieurs. L'idée était surtout de confirmer avec des essais simples et basiques ce comportement puis de choisir des modèles tout aussi simples permettant un temps de calcul minimal. Le but ultime étant de l'application de ces modèles à des structures réelles et non plus uniquement à des éprouvettes de laboratoire. Enfin, cette démarche si elle s'avère concluante pourra être étendue le cas échéant aux autres stratifiés à amure satin 5 et à matrice thermoplastiques (PPS et PEI).

Bibliographie.

[Bassery, 2011] : Josserand Bassey. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.

[Besson *et al*, 2001]: Jacques Besson *et al*, Mécanique non linéaire des matériaux, Hermès, 2001.

[Bonnet, 2005] : B. Bonnet. Comportement au choc des matériaux composites pour applications automobiles. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

[Gates & Sun, 1991]: Gates TS, Sun CT. Elastic/viscoplastic constitutive model for fiber reinforced thermoplastic composites, AIAA Journal, 1991.

[Hochard *et al*, 2001]: Ch. Hochard *et al*. "Modelling of the mechanical behaviour of woven-fabric CFRP laminates up to failure". Composites Science and Technology 61, pp. 221-230, 2001.

[Lemaitre & Chaboche, 1985] : J. Lemaitre, J.-L. Chaboche. Mécanique des matériaux solides. Dunod, 1985.

[Sun & YOON, 1991]: Yoon KJ, Sun CT. "Characterization of elastic-viscoplastic properties of an AS4/PEEK thermoplastic composite". J. Composite Materials 25, pp.1277-1298, 1991.

[Thiruppukuzhi *et al*, 2001]: V. Thiruppukuzhi *et al*. "Models for the strain-rate-dependent behaviour of polymer composites". Composites Science and Technology 61, pp. 1-12, 2001.

.

Chapitre VI :
Prédiction de la rupture et du délaminage des composites à fibres continues: application au cas particulier du carbone/PEEK satin 5

RESUME : *Dans ce chapitre, il est question d'une part de faire un rappel des critères couramment utilisés pour prédire la rupture des stratifiés aussi bien lisses que trouées. D'autre part, un accent particulier sera mis sur la prédiction du délaminage avec l'identification d'un critère permettant de prédire l'initiation de ce dommage dont l'apparition dans la structure marque le début de l'affaiblissement du comportement macroscopique du stratifié. Pour l'identification de ce critère, nous avons utilisé des dispositifs spécifiques mettant en œuvre les observations in-situ à la caméra et la technique d'émission acoustique. Comme dans les deux précédents chapitres, le matériau carbone/PEEK satin de 5 est pris comme exemple illustratif. Tous ces critères seront validés et utilisés dans la partie numérique de cette thèse.*

VI.1 Introduction 123
VI.2 Prédiction de la rupture des stratifiés/structures lisses 123
VI.2.1 Les critères exprimés en contrainte maximale. 123
VI.2.2 Les critères tensoriels quadratiques. 124
VI.2.3 Les critères phénoménologiques. 128
VI.3 Prédiction de la rupture des stratifiés présentant des singularités de contraintes. 132
VI.3.1 Profil de contraintes au voisinage d'un trou. 132
VI.3.2 Les critères dits de 'point stress' et 'average stress' 135
VI.3.2.1 Application au cas Carbone/PEEK satin 5. 136
VI.3.2.1.1. Evaluation des distances critiques des deux critères. 136
VI.3.2.1.2. Application aux stratifiés troués [0/30/-30]s et [$0/20_2/-20_2$]s. 137
VI.3.3 Les critères de délaminage. 139
VI.3.3.1 Les critères de délaminage et les hypothèses de l'étude. 140
VI.3.3.2 Identification des paramètres du critère 143
VI.3.3.2.1. Le mode ouverture (mode 1) 143
VI.3.3.2.2. Les modes de cisaillement (modes 2 et 3). 144
VI.4 Conclusion 159

VI.1 Introduction

L'une des étapes incontournables dans le processus de conception et de dimensionnement des structures est la prédiction du moment où leur ruine interviendra. On a donc besoin des critères qui permettent d'indiquer quand est ce que cette ruine intervient et fournir par conséquent la charge ultime que peut supporter la pièce. Il existe un nombre impressionnant de critères de ruptures des composites à fibres continues [Orifici *et al*, 2008] mais nous n'aurons pas la prétention de tous les rappeler dans ce chapitre. Nous nous limiterons aux plus courants d'entre eux qui sont implémentés dans la plupart des codes de calculs et qui sont exprimées en utilisant le tenseur des contraintes. De plus, nous les regrouperons en deux grands groupes, à savoir ceux utilisés pour la prédiction de la rupture des zones lisses et ceux utilisés pour prédire la ruine des zones présentant des singularités/concentrations de contraintes tels que les trous et les bords libres. Un accent particulier sera mis sur la prédiction du délaminage dont l'apparition est déterminante pour le comportement macroscopique du matériau et de la structure. Nous y reviendrons en profondeur en temps opportun.

VI.2 Prédiction de la rupture des stratifiés/structures lisses

VI.2.1 Les critères exprimés en contrainte maximale

Ce critère résumé par l'expression (VI-1) est écrit en utilisant la notation de Voigt (l'indice 1 Ξ 11, 2 Ξ 22, 3 Ξ 33, 4 Ξ 31, 5 Ξ 23 et 6 Ξ 12) où *X, Y, et Z* sont les résistances mécaniques dans les trois directions principales du matériau, *Si* (i= 4, 5 et 6) les résistances mécaniques en cisaillement, et les indices *t* et *c* signifient traction et compression. Il stipule simplement que la rupture du stratifié se produit pour un état de chargement donné lorsqu'en un point quelconque du matériau, l'une des six composantes du tenseur de contraintes atteint sa limite, c'est-à-dire est supérieure ou égale à la contrainte à rupture du matériau dans cette direction. Ce critère suppose donc une indépendance totale entre les différentes composantes du tenseur des contraintes au cours du chargement, ce qui conduit en général à une surestimation des capacités du matériau. En effet, lors d'un chargement quelconque, les couplages qui existent entre les différentes composantes peuvent conduire à une rupture bien avant d'atteindre la résistance ultime de l'une des directions.

$$\begin{aligned} &Xc < \sigma_1 < Xt \\ &Yc < \sigma_2 < Yt \\ &Zc < \sigma_3 < Zt \\ &-S_4 < \sigma_4 < S_4 \\ &-S_5 < \sigma_5 < S_5 \\ &-S_6 < \sigma_6 < S_6 \end{aligned} \qquad \text{(VI-1)}$$

VI.2.2 Les critères tensoriels quadratiques

Ce sont des critères inspirés du critère énergétique établi par Von Mises dans le cas des matériaux métalliques. En effet, à l'instar de la surface de charge f (σ) utilisée pour décrire le passage du domaine élastique au domaine plastique dans les métaux, cette approche suppose l'existence dans l'espace des charges d'une surface de rupture dont l'équation généralisée est donnée par la relation (VI-2) proposée par Tsai et Wu [Tsai & Wu, 1970] dans les années 70 . L'expression (VI-2) est écrite en utilisant la notation de Voigt et les conventions de notation d'Einstein.

$$f(\sigma) = F_i\sigma_i + F_{ij}\sigma_i\sigma_j + F_{ijk}\sigma_i\sigma_j\sigma_k + ... = 1 \quad i, j, k = 1, 2, ..., 6 \tag{VI-2}$$

Ces critères prennent bien en compte les interactions entre les différentes contraintes lors du chargement au travers des tenseurs/matrices de rupture $F_{(i,ij,ijk,....)}$ dont l'ordre maximal dépendra du niveau de couplage qu'on souhaite établir entre les différentes composantes du tenseur de contraintes. Par ailleurs, plus l'ordre de couplage sera élevé, plus nombreux seront les coefficients à identifier et plus complexes seront les essais nécessaires à cet effet. Une autre grande force de ces critères réside dans leur grande facilité d'implémentation dans les calculs. Il existe de nombreux critères de ce type dont les différences se situent au niveau des hypothèses utilisées pour simplifier l'expression (VI-2) et par la manière d'évaluer les différentes composantes du tenseur/matrice de rupture.

En général, la quasi-totalité des critères se limitent aux couplages d'ordre 2. En effet au delà de l'ordre 2 (couplages entre trois composantes du tenseur des contraintes et plus), on se retrouve avec un nombre incalculable de termes et surtout avec des coefficients quasiment impossibles à évaluer car nécessitant des essais multiaxiaux pratiquement impossibles à réaliser. Ainsi, en se limitant aux couplages d'ordre 2, l'équation VI-2 devient

$$f(\sigma) = F_i\sigma_i + F_{ij}\sigma_i\sigma_j = 1 \quad i, j, k = 1, 2, ..., 6 \tag{VI-3}$$

En l'état, l'équation VI-3 compte 27 membres si elle est développée ce qui reste élevé. Dans le cas des matériaux orthotropes qui nous concerne, deux autres hypothèses simplificatrices sont généralement admises : premièrement on suppose que le fait d'inverser le sens des cisaillements n'affecte pas les valeurs des résistances qui restent identiques en valeurs absolues. Cette hypothèse conduit à annuler les coefficient F_i(i=4,5,6) = 0. Elle signifie également l'absence de couplage d'une part entre les contraintes normales et les contraintes de cisaillement d'où F_{ij}(i=1,2,3 et j=4, 5,6) = 0, et d'autre part entre les contraintes de cisaillement entre elles d'où F_{ij}(i,j=4, 5,6). On aboutit finalement à l'expression (VI-4), qui est l'écriture la plus générale du critère applicable à un matériau orthotrope en état de contrainte tridimensionnelle (3D).

$$\begin{aligned} f(\sigma) = {} & F_1\sigma_1 + F_2\sigma_2 + F_3\sigma_3 + F_{11}\sigma_1^2 + F_{22}\sigma_2^2 + F_{33}\sigma_3^2 + F_{44}\sigma_4^2 + F_{55}\sigma_5^2 + F_{66}\sigma_6^2 + \\ & 2(F_{12}\sigma_1\sigma_2 + F_{13}\sigma_1\sigma_3 + F_{23}\sigma_2\sigma_3) = 1 \end{aligned} \tag{VI-4}$$

Une dernière hypothèse simplificatrice généralement formulée lors de l'étude des composites est l'hypothèse des contraintes planes, justifiée par la faible épaisseur des plis et de la majorité des

structures réalisées avec ces derniers, et aussi par le fait que ces composites sont conçus pour travailler dans le plan des plis. Cela revient donc à poser σ_i (i= 3, 4, 5) = 0. On obtient alors une forme encore plus simplifiée de l'équation (VI-4) qui devient.

$$f(\sigma) = F_1\sigma_1 + F_2\sigma_2 + F_3\sigma_3 + F_{11}\sigma_1^2 + F_{22}\sigma_2^2 + F_{66}\sigma_6^2 + 2F_{12}\sigma_1\sigma_2 = 1 \qquad \text{(VI-5)}$$

Les coefficients du tenseur/matrice de rupture sont évalués au moyen d'essais de traction, de compression et de cisaillement à rupture [Tsai &Wu, 1970], [Berthelot, 2005], [Renard *et al*, 2005]. La différence entre les nombreux critères rencontrés dans la littérature provient essentiellement des types d'essais et des hypothèses considérées pour évaluer leurs différents coefficients. Par exemple, certains critères comme ceux de Hill, Fischer et Norris admettent l'équivalence entre les comportements en traction et en compression afin de limiter encore plus le nombre de coefficients. D'autres critères comme ceux de Tsai-Wu, Hoffman et Von Mises tiennent compte de la dissymétrie entre les 2 modes de sollicitation. Les expressions des coefficients de quelques critères très courants sont résumées au tableau VI.1 où σ_{45} est la contrainte à rupture en traction longitudinale de l'éprouvette orientée à 45° de la direction de sollicitation. Finalement, les critères tenant compte de la dissymétrie traction-compression d'une part et ceux n'en tenant pas compte d'autre part diffèrent entre eux uniquement par les valeurs des coefficients de couplage $F_{12.}$

	Hill	Fischer	Norris	Tsai-Wu	Mises	Hoffman
F_1	0	0	0	$\frac{1}{X_t}-\frac{1}{X_c}$	$\frac{1}{X_t}-\frac{1}{X_c}$	$\frac{1}{X_t}-\frac{1}{X_c}$
F_2	0	0	0	$\frac{1}{Y_t}-\frac{1}{Y_c}$	$\frac{1}{Y_t}-\frac{1}{Y_c}$	$\frac{1}{Y_t}-\frac{1}{Y_c}$
F_{11}	$\frac{1}{X_t^2}$	$\frac{1}{X_t^2}$	$\frac{1}{X_t^2}$	$\frac{1}{X_t X_c}$	$\frac{1}{X_t X_c}$	$\frac{1}{X_t X_c}$
F_{22}	$\frac{1}{Y_t^2}$	$\frac{1}{Y_t^2}$	$\frac{1}{Y_t^2}$	$\frac{1}{Y_t Y_c}$	$\frac{1}{Y_t Y_c}$	$\frac{1}{Y_t Y_c}$
F_{66}	$\frac{1}{S_6^2}$	$\frac{1}{S_6^2}$	$\frac{1}{S_6^2}$	$\frac{1}{S_6^2}$	$\frac{1}{S_6^2}$	$\frac{1}{S_6^2}$
F_{12}	$-\frac{1}{2}(\frac{1}{X_t^2}+\frac{1}{Y_t^2}-\frac{1}{Z_t^2})$	$-\frac{E_1(1-\nu_{21})+E_2(1-\nu_{12})}{2X_tY_t}$	$-\frac{1}{2X_tY_t}$	$\frac{2}{X_tX_c\sigma_{45}^2}\left\{1-\left[X_c-X_t+\frac{X_tX_c}{Y_tY_c}(Y_c-Y_t)\right]\frac{\sigma_{45}}{2}-(1+\frac{X_tX_c}{Y_tY_c}+\frac{X_tX_c}{S_6^2})\frac{\sigma_{45}^2}{4}\right\}$	$-\frac{1}{2\sqrt{X_t}X_cY_tY_c}$	$-\frac{1}{2X_tY_t}$

Tableau VI.1. Résumé des 6 coefficients du tenseur de rupture des critères de rupture interactifs courants rencontrés dans la littérature et dans l'hypothèse des contraintes planes.

A l'aide des mesures des résistances mécaniques en traction, compression et cisaillement plan réalisées au chapitre III, il est facile d'évaluer les coefficients de ces critères pour les différents matériaux et représenter leurs surfaces de ruptures. En guise d'exemple, nous avons appliqué les critères de Hill et Tsai-Wu au cas du stratifié peek_P_satin. Les figures VI.1 et VI.2 représentent respectivement les enveloppes de rupture dans l'espace de charge de ces critères et leurs projections comparées dans le plan (σ_1, σ_2), tout ceci calculé dans l'hypothèse des contraintes planes. Tout point (état de chargement) se retrouvant à l'extérieur de cette enveloppe de rupture constitue un état de contraintes conduisant à la rupture du matériau. On peut constater que le critère de Hill est moins conservatif (surface de rupture plus grande) que celui de Tsai-Wu, ce qui est somme toute normal puisqu'en émettant l'hypothèse d'une équivalence entre traction et compression, le critère de Hill surestime les capacités du matériau. Or, comme nous l'avons vu au chapitre III, la résistance en compression des stratifiés à armures tissées est nettement plus faible que celle en traction, même si les modules sont égaux. L'hypothèse de Hill serait à priori plus adaptée et plus efficace pour prédire la rupture des composites à armures UD dont les résistances en traction et en compression sont quasiment identiques.

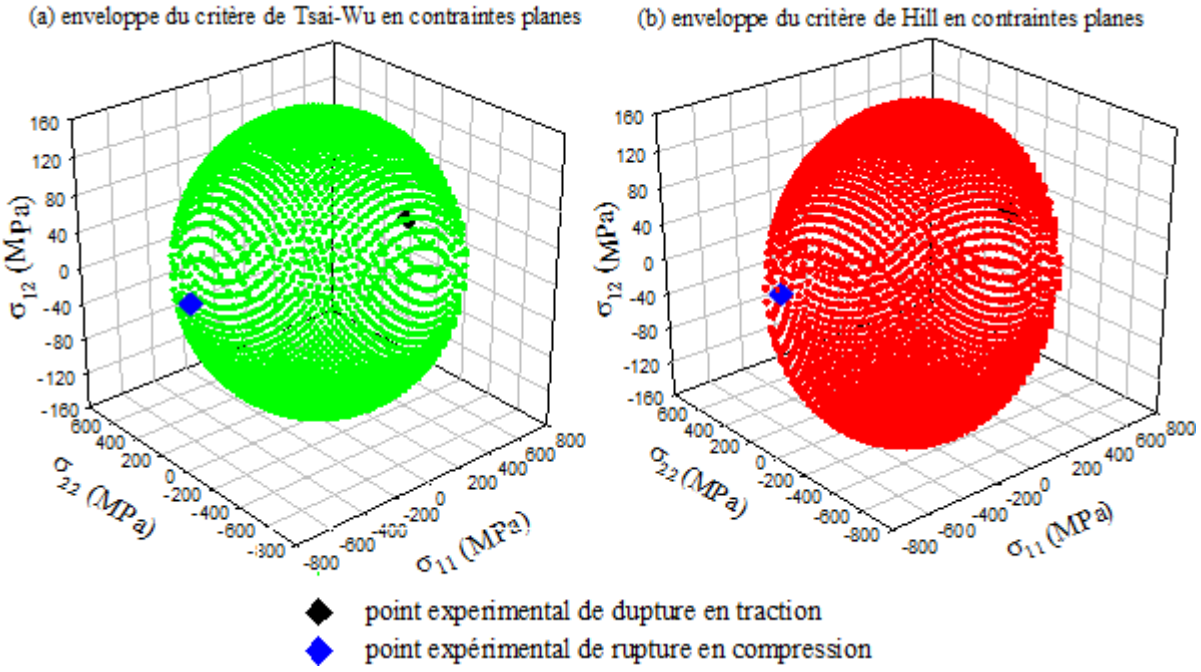


Figure VI. 1. Enveloppes de rupture des critères de Tsai-Wu (à gauche) et Hill (à droite) du matériau peek_P_satin, et positionnement des points expérimentaux de rupture en traction et compression quasi-statique des stratifiés quasi-isotropes.

Par ailleurs, afin d'effectuer une première vérification rapide de la validité de ces critères, nous avons représenté sur les figures VI.1 et VI.2 les points expérimentaux de rupture en traction et compression quasi-statique du stratifié peek_P_satin à empilement quasi-isotrope [[0/-45/+45/90]n]s (équivalent à [0/45]ns pour un satin 5 équilibré). Pour représenter ces points, il faut calculer l'état des

contraintes dans le pli le plus sollicité au moment de la rupture, en l'occurrence celui orienté à 0° dans notre cas. La procédure de calcul de ces contraintes s'appuie sur la théorie des stratifiés et s'effectue de la façon suivante :

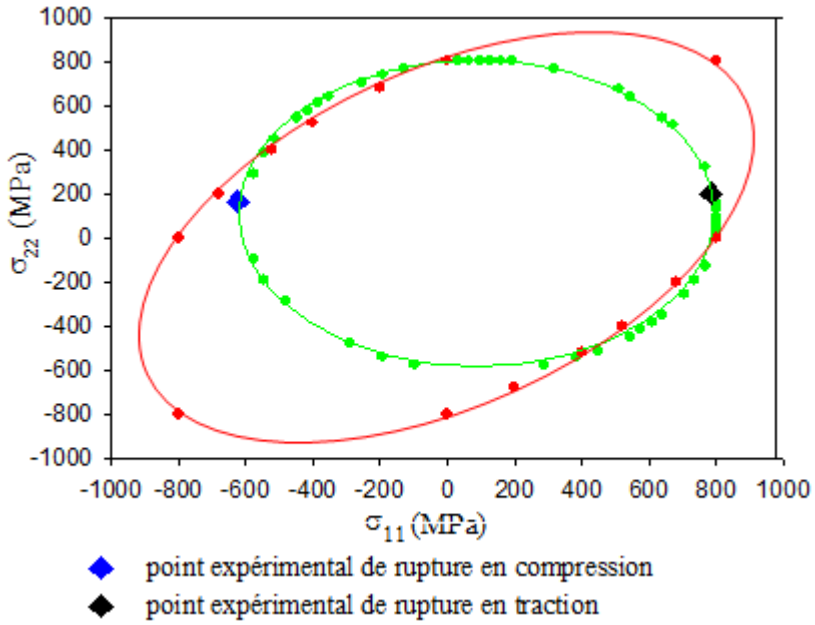


Figure VI. 2. Projections dans le plan (σ_{11}, σ_{22}) des critères de rupture de Tsai-Wu (en vert) et Hill (en rouge) ainsi que des points expérimentaux de rupture en traction et en compression des plis à 0° des stratifiés quasi-isotropes en carbone/PEEK.

Les essais expérimentaux de traction et de compression sur les stratifiés nous fournissent les charges à rupture, qui eux même nous permettent de calculer les contraintes nominales macroscopiques à rupture de ces derniers. D'après les conditions aux limites que nous avons utilisées lors de nos essais, seule la composante suivant la direction de sollicitation est non nulle. Ensuite, grâce à la théorie des stratifiés qui fait l'hypothèse d'une continuité parfaite entre les plis de l'empilement, on peut remonter successivement à l'état de déformation macroscopique dans tout le stratifié, puis à l'état des contraintes locales dans chaque pli de la séquence. Comme nous l'avons précédemment mentionné, nous nous intéresserons dans notre cas aux plis 0° qui sont de loin les plus sollicités. Le tableau VI.1 résume pour chaque essai les états de contraintes à rupture des stratifiés exprimés dans le repère global (x, y, z), les champs de déformation des stratifiés exprimés également dans le repère global, et enfin les états de contraintes dans les plis à 0° exprimés dans le repère local (1, 2, 3) de ces derniers qui en l'occurrence coïncide avec le repère global. La représentation de ces points expérimentaux confirme le fait que le critère de Tsai-Wu est de loin plus adapté aux tissus (car ces points se trouvent exactement sur la frontière) par rapport au critère de Hill qui surestime un peu les capacités du matériau.

	Traction quasi-statique			Compression quasi-statique		
Etat de contraintes à rupture du stratifié (MPa)	$\sigma_{xx} = 580$	$\sigma_{yy} = 0$	$\sigma_{xy} = 0$	$\sigma_{xx} = -470$	$\sigma_{yy} = 0$	$\sigma_{xy} = 0$
Etat de déformation à rupture du stratifié (%)	$\varepsilon_{xx} = 1,38$	$\varepsilon_{yy} = -0,42$	$\varepsilon_{xy} = 0$	$\varepsilon_{xx} = -1,1$	$\varepsilon_{yy} = 0,34$	$\varepsilon_{xy} = 0$
Etat de contraintes à rupture dans les plis 0° (MPa)	$\sigma_{11} = 785$	$\sigma_{22} = 202$	$\sigma_{12} = 0$	$\sigma_{11} = -625$	$\sigma_{yy} = 164$	$\sigma_{12} = 0$

Tableau VI.2. Etat de contraintes et de déformations dans le stratifié peek_P_satin quasi-isotrope et dans les plis orientés à 0° au moment de la rupture ; valeurs calculées à l'aide de la théorie classique des stratifiés.

VI.2.3 Les critères phénoménologiques

Le principe de ces critères consiste à associer une condition de rupture à chacun des cinq mécanismes de ruptures rencontrés à l'échelle microscopique dans les plis composites, à savoir la rupture de la matrice en traction (fissuration) et en compression (écrasement), la rupture de la fibre en traction et en compression, et enfin la rupture de l'interface fibre-matrice assimilé à du délaminage à cette échelle. Il existe un nombre impressionnant de critères de ce type [Orifici *et al*, 2008]. Cependant, ils sont presque tous formulés sur le même principe que les critères tensoriels quadratiques évoqués précédemment, à la seule différence qu'on distingue maintenant individuellement chaque mécanisme de rupture qui rentre en jeu. Cela n'était pas le cas précédemment où tous ces mécanismes et leurs interactions étaient pris en compte sans distinction. Le tableau VI.3 résume les expressions 3D de deux de ces critères parmi les plus utilisés dans le cas des UD, à savoir ceux de Hou et de Hashin Rotem [Santiuste *et al*, 2010]. Le cas des contraintes planes qui est très courant est obtenu en éliminant simplement dans les expressions des différents critères les composantes dans la direction 3 qui par convention est celle de l'épaisseur. Il y a rupture suivant un des modes considérés lorsque le critère correspondant est supérieur ou égal à 1. On peut remarquer que le critère de Hou comme celui de Hill précédemment ne tient pas compte de la dissymétrie traction/compression alors que c'est le cas pour celui de Hashin, qui par contre ne traite pas du délaminage.

Par ailleurs, les critères tels que formulés au tableau VI.3 ne peuvent être appliqués en l'état aux tissus car leur morphologie/armure est assez différente, notamment avec la présence du tissage et des fibres dans les deux directions principales du plan au sein d'un même pli. Ainsi, la rupture des fibres se produira dans les deux directions du plan du pli et les diverses fissurations de la matrice se produiront quant à elles entre les fibres au sein des mèches. Daniel [Daniel *et al*, 2008] a proposé une formulation de ces critères résumés au tableau VI.4 dans le cas des composites tissés ayant des propriétés identiques dans les directions chaine et trame.

Mode de rupture	Critères de Hou	Critères de Hashin
Fibre en traction	$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}^2+\sigma_{13}^2}{S_L^2}\right)$	$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}^2+\sigma_{13}^2}{S_L^2}\right)$
Fibre en compression	$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}^2+\sigma_{13}^2}{S_L^2}\right)$	$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_c}\right)^2$
Fissuration de la Matrice	$\left(\frac{\sigma_{22}}{Y_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}}{S_L}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{23}}{S_T}\right)^2$	$\left(\frac{\sigma_{22}+\sigma_{33}}{Y_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}^2+\sigma_{13}^2}{S_L^2}\right)+\left(\frac{\sigma_{23}^2-\sigma_{22}\cdot\sigma_{33}}{S_T^2}\right)^2$
Ecrasement de la matrice	$\frac{1}{4}\left(\frac{-\sigma_{22}}{S_T}\right)^2+\frac{Y_c\sigma_{22}}{4\cdot S_T^2}-\frac{\sigma_{22}}{Y_c}+\left(\frac{\sigma_{12}}{S_L}\right)^2$	$\frac{1}{Y_c}\left[\left(\frac{Y_c}{2\cdot S_T}\right)^2-1\right]\cdot(\sigma_{22}+\sigma_{33})+\left(\frac{\sigma_{22}+\sigma_{33}}{2S_T}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}^2+\sigma_{13}^2}{S_L^2}\right)+\left(\frac{\sigma_{23}^2+\sigma_{22}\cdot\sigma_{33}}{S_T^2}\right)$
Délaminage	$\left(\frac{\sigma_{33}}{Z_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{13}}{S_L}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{23}}{S_T}\right)^2$	n'est pas établi

Tableau VI.3. Résumé des critères phénoménologiques de Hou et Hashin pour plis UD [Santiuste *et al*, 2010].

Mode de rupture	Critères
Fibre en traction	$senschaine\left(\frac{\sigma_{11}}{X_t}\right)$; $senstrame\left(\frac{\sigma_{22}}{Y_t}\right)$
Fibre en compression	$senschaine\left(\frac{\sigma_{11}}{X_c}\right)$; $senstrame\left(\frac{\sigma_{22}}{Y_c}\right)$
Fissuration de la Matrice dans le plan (2,3)	$\left(\frac{\sigma_{23}}{S_T}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}}{S_L}\right)^2$
Fissuration de la Matrice dans le plan (1,3)	$\left(\frac{\sigma_{13}}{S_T}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}}{S_L}\right)^2$
Fissuration de la Matrice dans le plan (1,2)	$\left(\frac{\sigma_{33}}{Z_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{13}}{S_L}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{23}}{S_T}\right)^2$

Tableau VI.4. Formulation des critères phénoménologiques pour application aux plis tissés [Daniel *et al*, 2008].

Ces critères qui ne s'intéressent pas uniquement à la rupture finale/macroscopique du matériau interviennent beaucoup plus en amont (à l'échelle microscopique) dans le processus qui conduit à sa

ruine finale. Ils permettent de simuler numériquement (notamment par la méthode des éléments finis) le caractère progressif de la rupture des structures, comme c'est le cas dans le cadre de la mécanique de l'endommagement grâce aux variables d'endommagement. Le processus d'intégration de ces critères phénoménologiques pour une rupture progressive du matériau et de la structure dans le code de calcul est le suivant :

Pour un état de chargement donné, les critères des tableaux VI.3 et VI.4 (suivant qu'on ait à faire à un UD ou à un tissu) sont calculés en chaque point d'intégration et plusieurs cas se présentent. Si aucun des critères n'est vérifié en aucun point d'intégration, alors le calcul passe à l'incrément suivant. Par contre, si l'un des critères est rempli, par exemple la rupture dans la direction transverse (direction 2) de la matrice de l'UD, alors, toutes les contraintes contribuant à cette rupture ($\sigma_{22,}\,\sigma_{23,}\,\sigma_{12}$) dans l'élément de matière contenant ce point d'intégration sont mises/imposées à zéro afin de traduire la perte de consistance du matériau dans cette direction. A défaut d'annuler les contraintes, on peut plutôt dégrader la matrice de comportement [Okutan, 2002] de l'élément de matière vérifiant le critère de rupture. Dans le cas de la rupture/fissuration transverse de la matrice de l'UD évoquée plus haut, la dégradation de la loi de comportement élastique correspond au schéma illustré par l'expression (VI-6), écrite dans l'hypothèse des contraintes planes. Une rupture de la fibre de l'UD conduirait à imposer tous les coefficients de sa matrice d'élasticité à 0 puisque l'élément de matière concerné aura perdu toute consistance avec la rupture de sa fibre. Dans le cas du tissu, la présence des fibres dans les deux directions principales du plan modifie le schéma de dégradation appliqué aux UD. En effet, la rupture de la fibre dans une direction n'entrainera pas la mise à 0 de toutes les contraintes ou de tous les coefficients de la matrice de comportement car la présence de fibres dans l'autre direction permet à l'élément de matière de garder une certaine consistance. Les différents cas de remise à zéro des contraintes et des coefficients des matrices d'élasticité dans les éléments de matière d'un UD ou d'un tissu et suivant le critère de rupture vérifié sont résumés aux tableaux VI.4 et VI.5.

$$\left(\frac{\sigma_{22}}{Y_t}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{12}}{S_L}\right)^2\geq 1 \;\Rightarrow\; \begin{bmatrix} \frac{E_1}{1-\nu_{12}\cdot\nu_{21}} & \frac{E_1\cdot\nu_{21}}{1-\nu_{12}\cdot\nu_{21}} & 0 \\ & \frac{E_2}{1-\nu_{12}\cdot\nu_{21}} & 0 \\ \textit{Symétrie} & & G_{12} \end{bmatrix} \rightarrow \begin{bmatrix} \frac{E_1}{1-\nu_{12}\cdot\nu_{21}} & 0 & 0 \\ & 0 & 0 \\ \textit{Symétrie} & & G_{12} \end{bmatrix} \qquad \text{(VI-6)}$$

Par ailleurs, le fait de dégrader la matrice élastique peut entrainer des difficultés de convergence et des instabilités du calcul numérique, surtout en cas de rupture des fibres qui entraine la chute la plus brutale des propriétés de l'élément de matière concerné qui aura perdu quasiment toute sa consistance. Il est donc parfois utile d'utiliser une boucle d'érosion qui permette d'éliminer carrément du maillage de tels éléments qui se comportent finalement comme du vide. Nous y reviendrons ultérieurement dans les prochains chapitres au moment de l'implémentation de ces critères dans les calculs de validation et d'application aux structures.

Type d'armure	Mode rupture	σ_{11}	σ_{22}	σ_{33}	σ_{12}	σ_{13}	σ_{23}
UD	Fibre en traction ou compression	x	x	x	x	x	x
	Fissuration de la Matrice		x	x	x		
	Ecrasement de la matrice		x	x			
	Délaminage			x		x	x
Tissu plan	Fibre de chaine en traction et compression	x			x	x	
	Fibre de trame en traction et compression		x		x	x	x
	Fissuration de la Matrice dans le plan (2,3)				x	x	
	Fissuration de la Matrice dans le plan (1,3)				x		x
	Fissuration de la Matrice dans le plan (1,2)			x		x	x

Tableau VI.5. Mise à zéro des contraintes d'un élément de matière du pli UD ou tissé suivant le mécanisme de rupture mis en jeu.

Type d'armure	Mode rupture	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{12}	C_{13}	C_{23}	C_{44}	C_{55}	C_{66}
UD	Fibre en traction ou compression	x	x	x	x	x	x	x	x	x
	Fissuration de la Matrice		x	x	x	x	x			
	Ecrasement de la matrice		x	x	x	x	x			
	Délaminage			x		x	x	x	x	
Tissu plan	Fibre de chaine en traction et compression	x			x	x	x		x	x
	Fibre de trame en traction et compression		x		x	x	x	x		x
	Fissuration de la Matrice dans le plan (2,3)								x	x
	Fissuration de la Matrice dans le plan (1,3)							x		x
	Fissuration de la Matrice dans le plan (1,2)			x		x	x	x	x	

Tableau VI.6. Mise à zéro des coefficients de la matrice d'élasticité orthotrope d'un élément de matière du pli UD ou tissé suivant le mécanisme de rupture mis en jeu.

VI.3 Prédiction de la rupture des stratifiés présentant des singularités de contraintes

Les pièces et structures aéronautiques n'ont pas toujours des formes planes et régulières, mais contiennent des géométries telles que les trous, les bords libres, les courbures à faibles rayons… etc, qui sont des sources de concentrations/singularités/surcontraintes qui vont se relaxer au fur et à mesure qu'on s'éloignera de ces zones. Pour prédire la rupture de ces structures, les critères précédents peuvent toujours être appliqués mais, ces derniers sont inadaptés pour plusieurs raisons. En effet, les critères précédemment énumérés dits locaux s'appuient sur les valeurs locales des champs de contraintes pour s'exprimer. Ainsi, du fait de la concentration des contraintes autour des zones de singularité, ces critères seront très vite atteints et on aboutira dans tous les cas à une forte sous-estimation des capacités réelles de la structure. De plus, comme nous le montrerons ultérieurement dans les prochains chapitres, le champ de contraintes est fortement influencé par le maillage. Si des études de convergence du maillage permettent de s'affranchir assez facilement de cette dépendance au maillage dans les zones planes et régulières, cela n'est pas le cas pour les zones de singularités où cette dépendance est quasi-impossible à juguler, surtout dans leur voisinage immédiat. Ainsi, les critères locaux précédents sont plus adaptés aux zones planes et régulières, et il est important de faire appel à une classe de critères dits non locaux pour le cas des régions à fortes concentration de contraintes. Avant de passer à la présentation et à l'identification de ces différents critères non locaux, nous allons rappeler quelques notions de base sur le champ de contraintes au voisinage d'un trou. Ce dernier est une géométrie de base qui revient très souvent dans la quasi-totalité des structures et est un bon modèle pour visualiser et comprendre les phénomènes de concentrations de contraintes en général. Cette présentation préalable nous permettra de fixer les bases pour une meilleure compréhension des critères qui seront présentés par la suite.

VI.3.1 Profil de contraintes au voisinage d'un trou

Considérons une plaque homogène d'épaisseur h et de largeur b, munie d'un trou de rayon R et soumise à un effort de traction uniaxiale F_t à ses extrémités. La présence du trou modifie l'état de contraintes en son voisinage en créant des surcontraintes localisées dans une zone plus ou moins étendue autour du trou. Il est établi que ces concentrations de contraintes sont maximales le long de la ligne passant par le centre du cercle et perpendiculaire à la direction de chargement. L'allure générale du profil $\sigma_x(0,y)$ de la contrainte suivant la direction de sollicitation le long de cette ligne est représentée sur la figure VI.3, le centre du trou étant pris comme origine des espaces. Comme nous l'avons évoqué quelques lignes plus haut, on peut remarquer que les contraintes atteignent un maximum en bordure immédiat des trous puis sont progressivement relaxées au fur et à mesure qu'on s'en éloigne pour atteindre une valeur constante. Ces concentrations de contraintes sont responsables de l'abattement des résistances mécaniques constatées lors des essais de traction trouée du chapitre III car ce sont elles qui vont initier la rupture prématurée de l'échantillon.

Par ailleurs, au voisinage du coin droit du trou, on constate également que les contraintes antiplanes (σ_{zz}, σ_{xz} et σ_{yz}) ne sont plus tout à fait négligeables et l'hypothèse des contraintes planes généralement

admise pour le calcul des structures composites ne semble plus très adaptée dans cette zone. Ce passage d'un état de contrainte bidimensionnelle à un état de contrainte tridimensionnel accentue la probabilité d'avoir des défauts de type délaminage sur lequel nous nous appesantirons largement dans la suite. Ainsi, la simple présence d'un trou ou d'une autre singularité de contraintes implique de prendre en compte ces modifications du champ de contraintes qui ont des effets déterminants sur la tenue mécanique finale de la pièce. Cependant, il ne faudrait ni les sous estimer au risque de courir vers une catastrophe, ni les surestimer non plus afin d'éviter des surdimensionnements inutiles de la structure qui réduisent les gains visés.

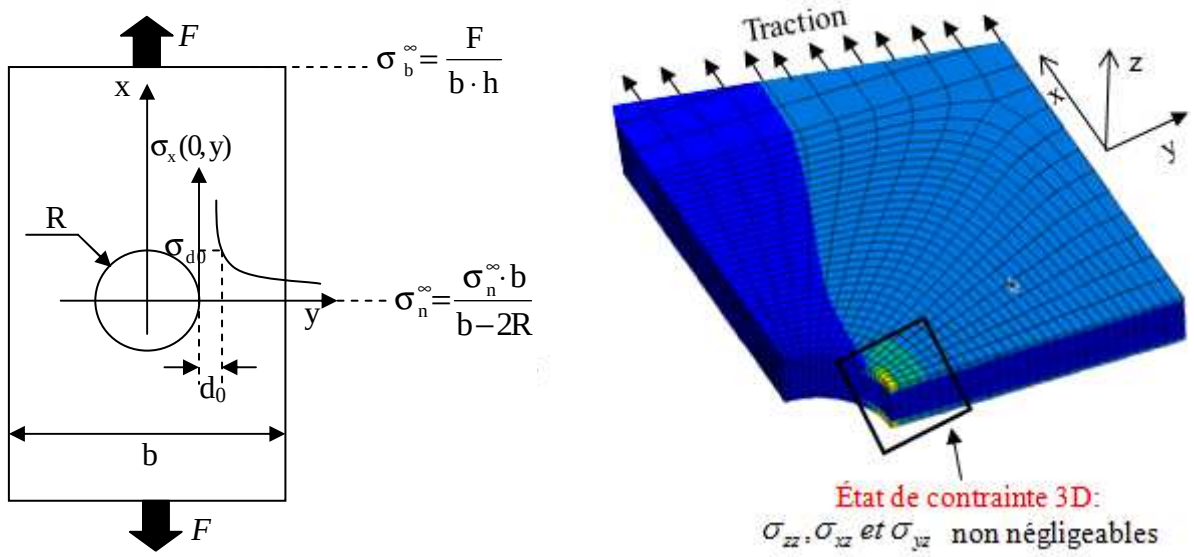


Figure VI. 3. Champ de contraintes au voisinage du trou d'une éprouvette en traction.

Pour traiter ces problèmes impliquant des géométries de singularités, il est commode de définir un coefficient de concentration de contraintes *Kt*. Il peut s'exprimer de deux façons différentes (Kt_g et Kt_n) données par les expressions (VI-7) et (VI-8) [Walter & Deborah Pilkey, 2008], où σ_b^∞ *et* σ_n^∞ (dont les expressions sont données à la figure VI.3) sont respectivement la contrainte moyenne nominale appliquée loin du trou sur la section totale de l'éprouvette et la contrainte moyenne nette appliquée sur la section effectivement résistante (ou section nette) dans le plan central du trou.

$$Kt_g = \frac{\sigma_x(0,y)}{\sigma_b^\infty} \qquad \text{(VI-7)}$$

$$Kt_n = \frac{\sigma_x(0,y)}{\sigma_n^\infty} \qquad \text{(VI-8).}$$

Ces deux expressions qui expriment la même réalité physique diffèrent par le fait que la première dite coefficient global de concentration prend pour référence la contrainte sur la section d'application de la force en faisant fi du trou, tandis que la seconde expression dite coefficient net de concentration prend pour référence la contrainte sur la section effectivement résistante. σ_b^∞ étant plus faible que σ_n^∞, Kt_g présentera un profil au gradient plus abrupte au voisinage immédiat du trou que Kt_n. Ces deux expressions sont utilisées suivant la volonté des différents auteurs. Dans notre cas, nous aurons une

préférence particulière pour la formule (VI-8) qui est plus en accord avec le fait que notre intérêt porte sur ce qui se passe dans la section nette. L'utilisation de l'une ou l'autre formule ne change rien à la réalité physique du problème puisque ces deux coefficients sont liés par une relation de proportionnalité/linéaire donnée par l'équation (VI-9), qu'on établit facilement à partir de leurs expressions respectives (VI-7) et (VI-8) et des formules de la figure VI-3 donnant σ_b^∞ *et* σ_n^∞.

$$Kt_n = Kt_g\left(1-\frac{2R}{b}\right) \tag{VI-9}$$

Pour calculer le profil du coefficient de surcontraintes, on a besoin du profil de contrainte $\sigma_x(0,y)$ dans la section nette. Pour le cas d'une plaque isotrope contenant un trou circulaire, Timoshenko [Timoshenko, 1979] a établi l'expression donnée par la l'équation (VI-10).

$$\sigma_x(0,y) = \sigma_n^\infty\left[1+\frac{1}{2}\left(\frac{R}{y}\right)^2+\frac{3}{2}\left(\frac{R}{y}\right)^4\right] \quad avec\ y \geq R \tag{VI-10}$$

Dans le cas d'une plaque orthotrope contenant également un trou circulaire de rayon R, Whitney et Nuismer [Whitney et Nuismer, 1974] ont proposé la relation (VI-11) ci-dessous en se basant sur les travaux de Savin [Savin, 1961].

$$\sigma_x(0,y) = \frac{\sigma_n^\infty}{2}\left\{2+\left(\frac{R}{y}\right)^2+3\left(\frac{R}{y}\right)^4-\left(K_T^\infty-3\right)\left[5\left(\frac{R}{y}\right)^6-7\left(\frac{R}{y}\right)^8\right]\right\} \quad avec \quad y \geq R \tag{VI-11}$$

Dans cette expression apparait un nouveau paramètre à savoir K_T^∞ défini comme le coefficient de surcontraintes élastiques maximal au voisinage immédiat du trou d'une plaque de dimension (largeur) infinie. Son expression analytique généralisée au cas d'une plaque orthotrope munie d'un trou elliptique de grand axe *D* et de petit axe *d* est donnée par Walter et Deborah [Walter & Deborah Pilkey, 2008] à travers l'équation (VI-12). Ces derniers ont généralisé les concepts de concentrations de contraintes au voisinage des trous elliptiques afin de pouvoir les étendre plus facilement aux 2 cas limites que sont le trou circulaire (*D = d*) et les fissures (*D >>> d)*.

$$K_T^\infty = 1+\frac{1}{\lambda}\sqrt{\frac{2}{A_{66}}\left(\sqrt{A_{11}\cdot A_{22}}-A_{12}+\frac{A_{11}\cdot A_{22}-A_{12}^2}{2\cdot A_{66}}\right)} \tag{VI-12}$$

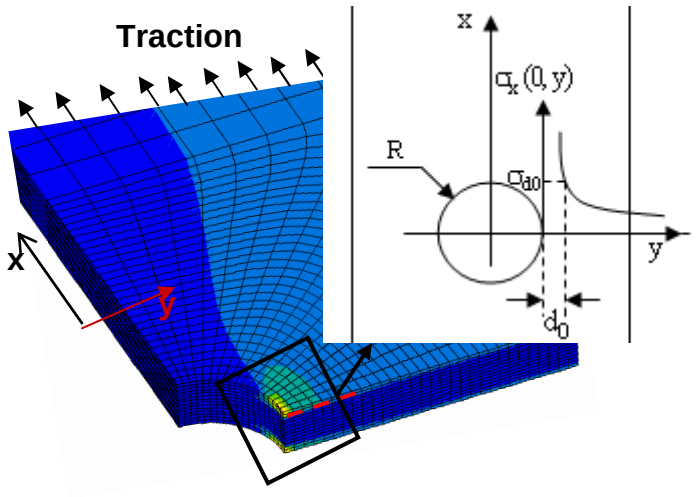
Dans l'expression (VI-12), les coefficients *Aij* sont les éléments du tenseur de rigidité de la plaque orthotrope calculés dans l'hypothèse des contraintes planes, λ est le rapport *D/d* et les directions1 et 2 étant respectivement les directions parallèles et perpendiculaires au chargement. En simplifiant l'expression (VI-12) dans le cas d'un trou circulaire ($\lambda=1$) et en remplaçant les coefficients *Aij* par leurs expressions en fonction des modules de l'ingénieur, on retombe sur l'expression (VI-13) établie par Savin [Savin, 1961] pour les stratifiés orthotropes et exprimées dans leur repère global (x,y) de la figure VI.3 où x est la direction du chargement et y celle qui lui est perpendiculaire.

$$K_T^{\infty} = 1 + \sqrt{2\left(\sqrt{\frac{E_x}{E_y}} - \nu_{xy} + \frac{E_x}{2 \cdot G_{xy}}\right)} \qquad \text{(VI-13)}$$

Cette dernière équation vient clore ce rappel des notions importantes et indispensables concernant les concentrations de contraintes en général et en bordure des trous en particulier. Nous leur ferons appel dans les paragraphes suivants pour exprimer les critères utilisés pour prédire la rupture des structures contenant de telles singularités.

VI.3.2 Les critères dits de 'point stress' et 'average stress'

Ces critères sont utilisés pour prédire la résistance en traction d'une plaque trouée. L'idée générale de ces derniers consiste à se placer à une certaine distance (d_0 ou a_0) de la singularité (trou, bords libres…) dite distance critique et à considérer que la rupture du stratifié se produit si la contrainte locale à cette distance du trou (cas du point stress) ou moyenne sur cette distance (cas de l'average stress) est supérieure à la contrainte à rupture du stratifié lisse (non troué) σ_O^L . Ces critères s'inspirent de la notion de zone plastique en tête de fissure initiant l'endommagement dans le cas des métaux. Leurs expressions mathématiques sont données par les relations (VI-14) et (VI-15) de la figure VI.



'Point stress'

$$\sigma_{d_0} = \sigma_x(0, R + d_0) \le \sigma_0^L \qquad \text{(VI-14)}$$

'Average stress'

$$\overline{\sigma}_{a_0} = \frac{1}{a_0}\int_R^{R+a_0} \sigma_x(0,y)dy \le \sigma_0^L \qquad \text{(VI-15)}$$

Figure VI. 4. Illustration des critères du point stress et de l'average stress.

En introduisant le profil de contrainte de Nuismer de l'équation (VI-11) dans les équations (VI-14) et (VI-15) on obtient les expressions finales de ces critères données par les équations (VI-16) et (VI-17) respectivement pour les 'point stress' et 'average stress'.

$$\frac{\sigma_x(0,R+d_0)}{\sigma_n^{\infty}} = \frac{1}{2}\left\{2 + \left(\frac{R}{R+d_0}\right)^2 + 3\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^4 - (K_T^{\infty} - 3)\left[5\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^6 - 7\left(\frac{R}{R+d_0}\right)^8\right]\right\} \le \frac{\sigma_0^L}{\sigma_n^{\infty}} \qquad \text{(VI-16)}$$

$$\frac{\bar{\sigma}_x(0,R+a_0)}{\sigma_n^\infty}=\frac{(R+a_0)}{2a_0}\left\{2-\left(\frac{R}{R+a_0}\right)^2-\left(\frac{R}{R+a_0}\right)^4+(K_T^\infty-3)\left[\left(\frac{R}{R+a_0}\right)^6-\left(\frac{R}{R+a_0}\right)^8\right]\right\}\le\frac{\sigma_0^L}{\sigma_n^\infty} \quad \text{(VI-17)}$$

Ainsi, pour une plaque donnée, connaissant sa contrainte à rupture lisse σ_O^L et sa distance critique d_0 ou a_0, on peut prédire la contrainte à rupture nette σ_n^∞ de ce dernier muni d'un trou de rayon R quelconque. On peut remarquer que le terme de droite ($\sigma_O^L/\sigma_n^\infty$) n'est autre que l'inverse de la constante de trou (C_t) définie au chapitre III dans la partie consacrée au comportement en traction trouée. C'est la simplicité de ces critères aussi bien par le nombre réduit de leurs paramètres (juste deux) que par la facilité de mesure de ces derniers qui fait leur succès chez les ingénieurs et designers.

VI.3.2.1 Application au cas Carbone/PEEK satin 5

VI.3.2.1.1. Evaluation des distances critiques des deux critères

Pour appliquer les critères de la distance critique à une plaque de ce matériau test, il faut déterminer les distances critiques (d_0 *et* a_0) de ce dernier. A cet effet, nous avons utilisé les résultats des essais de traction lisse et trouée effectués au chapitre III sur les éprouvettes de séquence quasi-isotrope ([0/-45/+45/90]s) et munies de trous de 4mm de diamètre. Ces résultats consignés dans les tableaux III.6 et III.7 donnent σ_O^L = 579,80 MPa, σ_n^∞= 460, 80 MPa, *Ex* = *Ey* = 45 GPa, ν_{xy} = 0,32. Pour pouvoir déterminer la valeur de K_T^∞ (donnée par l'équation (VI-13)), il nous manque la valeur de *Gxy* que nous pouvons approximer au moyen de la théorie classique des stratifiés. On trouve alors *Gxy* ~15,94 GPa et on en déduit la valeur de K_T^∞ qui vaut 3,05.

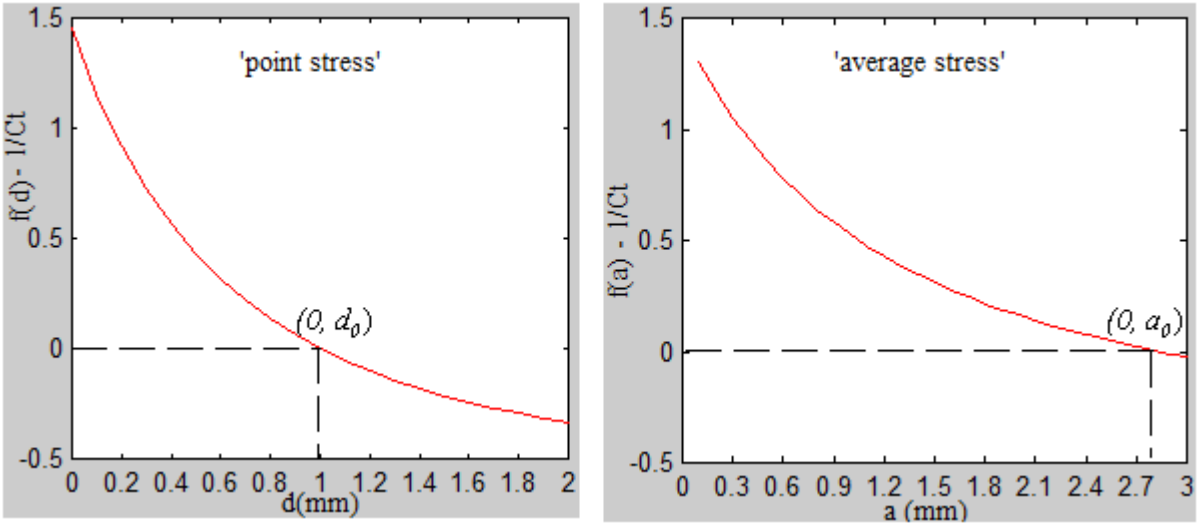


Figure VI. 5. Résolution graphique des équations (VI-16) et (VI-17) et mesure de distances critiques d_0 et a_0

A l'aide de toutes ces données, on peut alors résoudre les équations (VI-16) et (VI-17) en d_0 et a_0 respectivement. A cet effet, nous avons opté pour une méthode de résolution graphique illustrée à la figure VI.5, où f(d) et f(a) sont les termes de gauche de ces deux équations et 1/Ct est l'inverse de la constante de trou et représente leurs termes de droite. On obtient alors :

d_0 ~1mm et a_0 ~2,8mm (VI-18)

VI.3.2.1.2. Application aux stratifiés troués [0/30/-30]s et [0/20_2/-20_2]s

Nous avons choisi d'utiliser les distances critiques évaluées précédemment pour prédire la rupture en traction de deux stratifiés aux séquences et diamètres de trous différents de ceux utilisés pour leur détermination. L'idée est de vérifier si ces distances sont intrinsèques au matériau ou pas. Les paramètres de ces deux stratifiés percés de trous de 13mm de diamètre à froid et qui ont été également utilisés pour l'étude du délaminage présenté plus bas sont résumés au tableau VI.7. Comme précédemment, les modules de cisaillement plan de ces stratifiés ont été approximés par la théorie classique des stratifiés. À l'aide de ces paramètres, les équations (VI-16) et (VI-17) ont été résolues pour trouver la contrainte nette à rupture. Les résultats obtenus sont résumés au tableau VI.8.

	σ_O^L (MPa)	$Ex = Ey$ (GPa)	v_{xy}	Gxy (GPa)	K_T^∞
[0/30/-30]s	686	41,37	0,29	14,59	3,06
[0/20_2/-20_2]s	791	49,20	0,26	11,21	3,42

Tableau VI.7. Paramètres pour la prédiction de la contrainte nette à rupture des stratifiés [0/30/-30]s et [0/20_2/-20_2]s percés de trous de 13mm de diamètre.

	σ_n^∞ prédite (MPa)		σ_n^∞ expérimentale (MPa)	Erreur relative (%)	
[0/30/-30]s	Point stress : 308	Average stress : 324	416±10	Point stress : 25,96	Average stress : 22,11
[0/20_2/-20_2]s	365	380	390 ±15	6,5	2,6

Tableau VI.8. Comparaison valeur expérimentale et prédiction de la contrainte nette à rupture calculée avec les distances critiques d_0 ~1mm et a_0 ~2,8mm

Les résultats dans un premier temps montrent que dans tous les cas, on a une meilleure précision du critère de l'average stress par rapport au point stress, ce qui est en accord avec les résultats obtenus par Camanho [Camanho *et al*, 2012] dans le cas des UD carbone/époxy. On constate également que l'erreur relative entre les valeurs prédites et celles mesurées expérimentalement est excellente pour l'une des deux séquences et très élevée pour l'autre, puisqu'on atteint les 25%. Ainsi, malgré les avantages de simplicité qu'ils présentent, les critères de la distance critique ont quelques limites.

En effet, comme le montrent les équations (VI-16) et (VI-17), les profils de contraintes utilisés pour déterminer les distances critiques dépendent explicitement d'une donné géométrique à savoir le

rayon du trou. Pipes [Pipes *et al*, 1979] et Camanho [Camanho & Lambert, 2006] [Camanho *et al*, 2012] dans leurs travaux ont clairement montré cette dépendance de la distance critique avec la géométrie (taille du trou) et le drapage. On peut donc comprendre les grosses différences de précision observées sur les deux stratifiés utilisés pour l'application de ces critères. Pour les trous de petits rayons (R<1 inch ~2,54 cm), Pipes a trouvé une dépendance de la distance critique au rayon du trou de la forme (VI-19) :

$$d_0 = \alpha R^m \qquad \text{(VI-19)}$$

Ainsi, les critères du point stress et de l'average stress deviennent des critères à quatre paramètres (σ_O^L, α, m et le drapage) et exigent une batterie d'essais assez importante pour avoir une distance critique qui couvre la plus large gamme de drapages et de rayons de trous avec une précision acceptable.

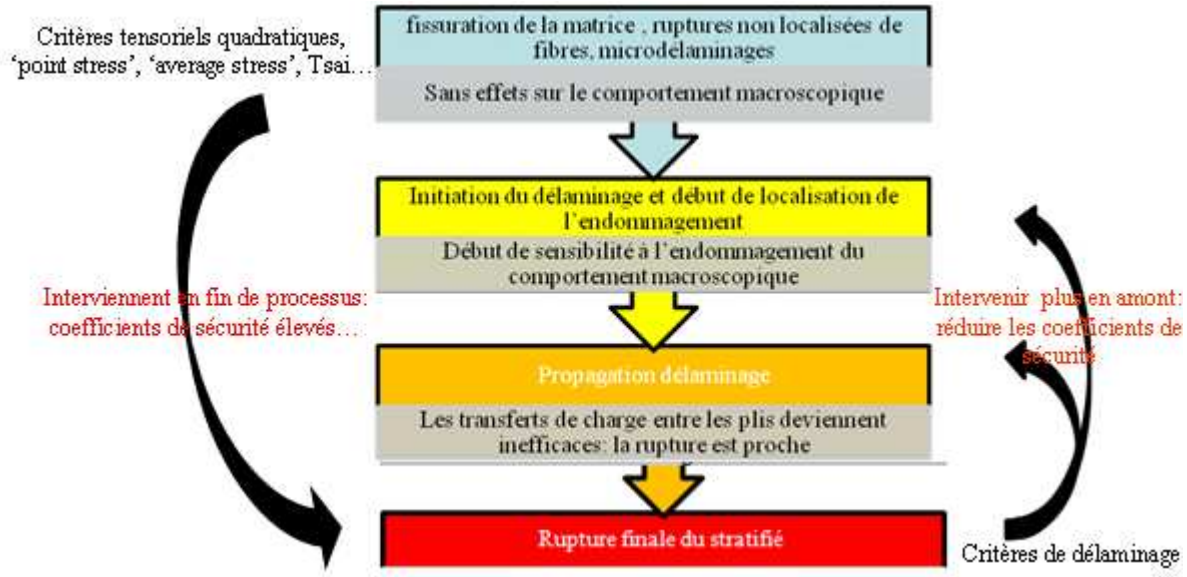


Figure VI. 6. Processus de dégradation des stratifiés et intérêt d'un critère de prédiction du délaminage en amont

Une autre limite de ces critères est le fait qu'ils poussent forcément à prendre des facteurs de sécurité élevés lors des dimensionnements. En effet, lorsqu'on observe le processus de dégradation des composites de la figure VI.6, on se rend compte que ces critères (qui ne tiennent compte que des singularités de contraintes planes en bordure du trou) agissent complètement en aval de ce processus, négligeant ainsi toutes les phases de dégradation intermédiaires. Une façon de dimensionner plus sûrement serait par exemple d'agir un peu plus en amont en évitant par exemple l'initiation ou la propagation du délaminage (il n'est pas nécessaire d'éviter les microfissurations de la matrice et les microdélaminages car ceux-ci sont presqu'inévitables (inhérents au procédé) et en plus ils n'ont pas grand effet sur le comportement macroscopique). Ce sont ces observations qui nous ont poussées à nous intéresser à un critère non local permettant de prédire le délaminage dont les fondements théoriques et l'identification de ses paramètres feront l'objet des prochains paragraphes.

VI.3.3 Les critères de délaminage

Il existe une différence fondamentale dans la rupture des matériaux composites comparée à celle des matériaux métalliques à l'échelle macroscopique : lorsqu'une force axiale est appliquée à une éprouvette de traction métallique, la rupture se produit perpendiculairement à cette force. Dans le cas des composites, l'endommagement principal conduisant à la rupture se produit parallèlement à cette force à cause de la faiblesse des interfaces entre les plis. C'est ce que l'on appelle le délaminage. Ce défaut désigne donc au sens premier la séparation des plis d'un stratifié au niveau de leur interface, à ne pas confondre avec les décohésions ou des déchaussements qui sont en quelque sorte des délaminages mais à l'échelle microscopique entre la fibre et la matrice.

La prédiction de l'amorçage du délaminage et des conditions propices à sa propagation est un problème complexe qui a attisé l'intérêt de beaucoup de chercheurs car l'apparition de ce défaut marque en général un début de sensibilité au dommage à l'échelle macroscopique. Les premiers travaux sur cette thématique remontent aux années 80 avec [Herakovich, 1981] qui a montré que ce défaut se produisait de préférence aux interfaces de type $+\theta/-\theta$ des stratifiés soumis à une traction uniaxiale. Ensuite, Kim et Soni [Kim et soni, 1984] furent parmi les premiers à proposer la formulation d'un critère énergétique, quadratique et non local de délaminage, de même formulation que les critères anisotropes de Tsai mais ne faisant intervenir que les contraintes antiplanes. Ce critère sera par la suite modifié et appliqué par plusieurs chercheurs dont Brewer et Lagace [Brewer et Lagace, 1988], qui vont en plus démontrer l'effet accélérateur de l'épaisseur sur le délaminage, Lecuyer et Engrand [Lecuyer et Engrand, 1992], Loriot [Lorriot *et al*, 2003] et plus récemment Pongsak [Pongsak, 2010] et Bassery [Bassery et Renard, 2011] qui vont prendre en compte dans le critère l'influence sur la résistance au délaminage des frottements entre les plis. Pour identifier ces critères, la plupart des techniques utilisées sont des méthodes couplées expérimental-numérique dont les plus connues sont la technique EDT (Edge Delamination Test) proposés par Lecuyer et Engrand en s'appuyant sur les effets d'épaisseur démontrés par Brewer et Lagace et l'essai Arcan bien décrit par Gineste [Gineste, 1995].

Par ailleurs, dans les années 90, une autre approche pour prédire la propagation du délaminage inspirée de la mécanique linéaire de la rupture s'est beaucoup développée. Comme avec les métaux, celle-ci consiste à considérer le délaminage comme une fissure et à mesurer les taux d'énergie G restituée lors de sa propagation. Comme références nous pouvons citer les travaux de Bathias [Bathias, 1995] qui a fait une revue de ces méthodes basées sur la mécanique linéaire de la rupture, de Minh-Seok [Minh-Seok et Xiao-Zhi, 1995] qui a utilisé une telle approche pour comparer le délaminage des composites carbone-époxy en sollicitation statique et dynamique, et plus récemment de Ullah [Ullah *et al*, 2011] qui a également utilisé ces concepts de la mécanique linéaire de la rupture pour simuler la propagation du délaminage dans un sergé carbone-époxy. Certes cette seconde approche peut s'avérer très précise par rapport à celle proposée par KIM et Soni mais est beaucoup plus lourde à mettre en œuvre. En effet, elle nécessite des essais DCB (Double Cantilever Beam), ENF (End Notched Flexure) et ELS (End Load Split) bien décrits par [Bathias, 1995] et Allix [Allix *et al*, 1995] qui sont très complexes à mettre en œuvre tout comme leur implémentation numérique qui requiert des

maillages sophistiqués. A l'opposée, les critères de type KIM et Soni s'appuient sur les champs de contraintes qui sont les 'output' automatiques de tout calcul élément finis, ce qui facilite leur implémentation numérique dans les codes. Leur approche sera la base du critère que nous proposerons.

Malgré ces nombreux travaux, le délaminage suscite un intérêt encore plus important aujourd'hui et beaucoup reste à faire pour maitriser définitivement ce phénomène et en faire un critère de dimensionnement fiable pour les structures. En effet, il se trouve que la plupart des applications des critères identifiés jusqu'à présent se limitaient à des éprouvettes de laboratoire du fait des capacités réduites des calculateurs qui ne permettaient pas une modélisation des pièces à l'échelle mésoscopique (du pli). Notre objectif dans un premier temps pour les prochains paragraphes sera d'identifier un critère de délaminage sur un matériau rarement étudié dans ce domaine qu'est le carbone/PEEK satin de 5 moulé par thermoformage à très haute pression. Ensuite dans un prochain chapitre, il sera question de proposer une méthode d'application de ce dernier directement sur pièce réelle modélisée à l'échelle du pli, modélisation rendue possible aujourd'hui grâce aux puissances de plus en plus importantes des calculateurs.

VI.3.3.1 Les critères de délaminage et les hypothèses de l'étude

A l'instar des fissures dans les métaux, le délaminage se produit selon trois modes, dont un dit d'ouverture (mode 1) et deux (modes 2 et 3) dits de cisaillement, tous illustrés à la figure VI.7. En général, la plupart des critères d'amorçage du délaminage mettant en jeu les composantes du tenseur des contraintes sont un mélange de Tsai-Wu et d'average stress et ne prennent en compte que les contraintes antiplanes. Ils sont de type interactif (énergétique) mais requièrent pour la plupart la connaissance d'une distance critique sur laquelle seront moyennées les contraintes avant l'application du critère. Kim et Soni [Kim et Soni, 1984] furent parmi les premiers à proposer une formulation de ce critère donnée à l'équation (VI-120):

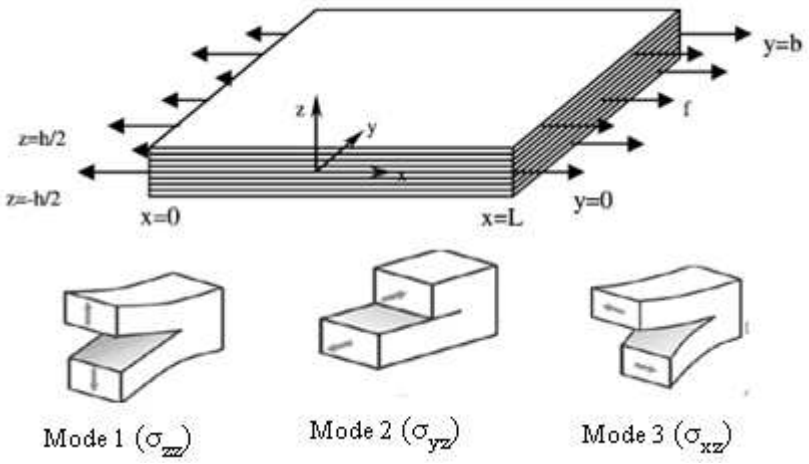


Figure VI. 7. Les différents modes de délaminage

$$(\frac{\overline{\sigma}_{xz}}{\sigma_{xz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{yz}}{\sigma_{yz}^{D}})^2+\overline{\sigma}_{ZZ}(\frac{1}{\sigma_{zz}^{DT}}-\frac{1}{\sigma_{zz}^{DC}})+(\frac{\overline{\sigma}_{zz}^{2}}{\sigma_{zz}^{DT}\sigma_{zz}^{DC}})=1 \quad \text{(VI-20)}$$

où σ_{xz}^{D} et σ_{yz}^{D} représente la résistance au délaminage en modes cisaillement,

σ_{zz}^{DT} la résistance au délaminage en mode ouverture (traction),

σ_{zz}^{DC} la résistance au délaminage en mode fermeture (compression),

$\overline{\sigma}_{ij}=\frac{1}{y_0}\int_0^{y_0}\sigma_{ij}dy$ avec y_0 distance critique associée au mode de délaminage considéré.

Dans leur formulation, Kim et Soni tiennent compte de la dissymétrie traction – compression en introduisant le terme σ_{zz}^{DC} qui représente la contrainte à rupture de l'interface en compression. Brewer et Lagace [Brewer et Lagace, 1988] négligent les termes d'ordre 1 de la relation (VI-20) et formulent un critère donné pas l'équation (VI-21):

$$(\frac{\overline{\sigma}_{xz}}{\sigma_{xz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{yz}}{\sigma_{yz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{zz}}{\sigma_{zz}^{DT}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{zz}}{\sigma_{zz}^{DC}})^2=1 \quad \text{(VI-21)}$$

Devant la difficulté à identifier la contrainte de délaminage en mode 1 de compression, Sun et Zhou simplifieront encore plus le critère Brewer et Lagace donné par la relation (VI-21). Ils négligent le terme de rupture en compression de l'interface en le justifiant par le fait que la contrainte à rupture en délaminage par ce mode est très élevée, ce qui fait tendre le terme quadratique où elle intervient vers zéro. On obtient alors la formulation (VI-22) du critère :

$$(\frac{\overline{\sigma}_{xz}}{\sigma_{xz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{yz}}{\sigma_{yz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{zz}}{\sigma_{zz}^{DT}})^2=1 \quad \text{(VI-22)}$$

Enfin, Lecuyer et Engrand mettent en avant le caractère beaucoup plus contributif du mode 1 par rapport aux deux autres modes sur l'amorce du délaminage en remplaçant la contribution quadratique de ce mode dans l'équation (VI-22) par un terme linéaire. On obtient alors l'équation (VI-23):

$$(\frac{\overline{\sigma}_{xz}}{\sigma_{xz}^{D}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{yz}}{\sigma_{yz}^{D}})^2+\frac{\overline{\sigma}_{zz}}{\sigma_{zz}^{DT}}=1 \quad avec\ \overline{\sigma}_{zz}>0 \quad \text{(VI-23)}$$

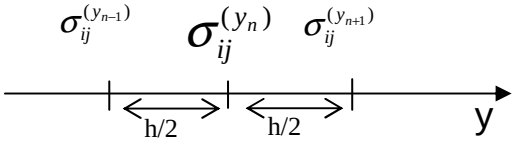
La relation (VI-23) est l'équation de base que nous utiliserons dans notre travail. Elle est certes déjà beaucoup simplifiée mais nécessite encore des améliorations. Par exemple, elle ne prend pas en compte l'influence d'une contrainte normale de compression à l'interface sur les modes de rupture en cisaillement. En effet, d'après un des principes de coulomb relatif aux frottements, la friction augmente à l'interface de deux solides soumis à une force de compression normale, ce qui est un frein supplémentaire au délaminage. En tenir compte revient à modifier le critère (VI-23) en introduisant deux nouveaux paramètres k_1 et k_2 pour obtenir la relation (VI-24). Ces nouveaux paramètres traduisent le fait qu'il faut plus de force pour rompre l'interface en cisaillement lorsqu'elle est en compression ($\overline{\sigma}_{zz}$ est négative).

$$(\frac{\overline{\sigma}_{xz}}{\sigma_{xz}^{D}-k_1\overline{\sigma}_{zz}})^2+(\frac{\overline{\sigma}_{yz}}{\sigma_{yz}^{D}-k_2\overline{\sigma}_{zz}})^2+\frac{\overline{\sigma}_{zz}}{\sigma_{zz}^{DC}}=1 \qquad avec\ \ \overline{\sigma}_{zz}<0 \tag{VI-24}$$

Par ailleurs, le voisinage des singularités (trous, bords libres…) présente des gradients de contraintes très importants qui peuvent créer des problèmes de localisation (concentration de contrainte qui n'a rien de physique) lors des calculs numériques : ce sont les effets de gradient. Pour remédier à cela, la première solution consiste à réaliser un maillage très fin. Cette opération ne résout pas complètement le problème et a en plus l'inconvénient d'alourdir considérablement le calcul. Des auteurs ont trouvé pour astuce de remplacer la contrainte locale en chaque point du voisinage de la singularité par une contrainte dite lissée, donnée par l'expression (VI-25). Elle consiste à effectuer un développement de Taylor autour de chaque point, sur une distance h/2 (dite distance d'effet de gradient) de part et d'autre du point considéré. Pongsak [Ponsack, 2010] et Bassery [Bassery et Renard, 2011] ont utilisé une approche similaire dans leurs travaux sur les composites à armures tissés. Nous nous en inspirerons.

$$\tilde{\sigma}_{ij}=\sigma_{ij}+h\frac{\partial\sigma_{ij}}{\partial y} \text{ et } \overline{\sigma}_{ij}=\frac{1}{y_0}\int_0^{y_0}\tilde{\sigma}_{ij}dy \tag{VI-25}$$

D'un point de vue numérique/simulation, intégrer la relation (VI-25) dans le critère (VI-24) revient à réaliser un maillage régulier de pas h/2 au voisinage de la singularité, puis à remplacer en chaque nœud la contrainte locale par l'expression de l'équation (VI-25). Cette discrétisation de l'équation (VI-25) est schématisée à la figure VI.8 et exprimée mathématiquement par l'équation (VI-26).



$$\tilde{\sigma}_{ij}^{(y_n)}=\sigma_{ij}^{(y_n)}+h(\frac{\sigma_{ij}^{y_{n+1}}-\sigma_{ij}^{y_{n-1}}}{h/2-(-h/2)})=\sigma_{ij}^{(y_n)}+\sigma_{ij}^{(y_{n+1})}-\sigma_{ij}^{(y_{n-1})} \tag{VI-26}$$

Figure VI. 8. Principe de la prise en compte de l'effet gradient dans les calculs.

Les formulations (VI-23) et (VI-24) du critère sont celles que nous mettrons en œuvre dans ce travail, suivant que l'interface est en compression normale ou non. Cependant, nous ferons encore deux dernières hypothèses simplificatrices:

- Premièrement la distance critique y_0 est la même pour les 3 modes de délaminage. Ainsi $y_{0xz} = y_{0yz} = y_{0zz} = y_0$. Le mode cisaillement étant le plus critique, sa distance critique sera celle considérée. Cette hypothèse est généralement admise par beaucoup d'Auteurs.

- Deuxièmement, nous supposerons que les deux modes de cisaillement ont la même résistance au délaminage, ce qui se traduit par $\sigma_{xz}^{D} = \sigma_{yz}^{D}$ et $k_1 = k_2 = k$.

Ces deux dernières hypothèses réduisent à quatre le nombre maximal de paramètres à identifier, ce qui en fait un critère assez simple et attractif.

VI.3.3.2 Identification des paramètres du critère

VI.3.3.2.1. Le mode ouverture (mode 1)

Solliciter le matériau en ouverture de l'interface nous permettra de déterminer uniquement la contrainte σ_{zz}^{D} à rupture en mode 1. La sollicitation en ouverture des interfaces entre les plis est assez compliquée et requiert une éprouvette particulière illustrée à la figure VI.9.

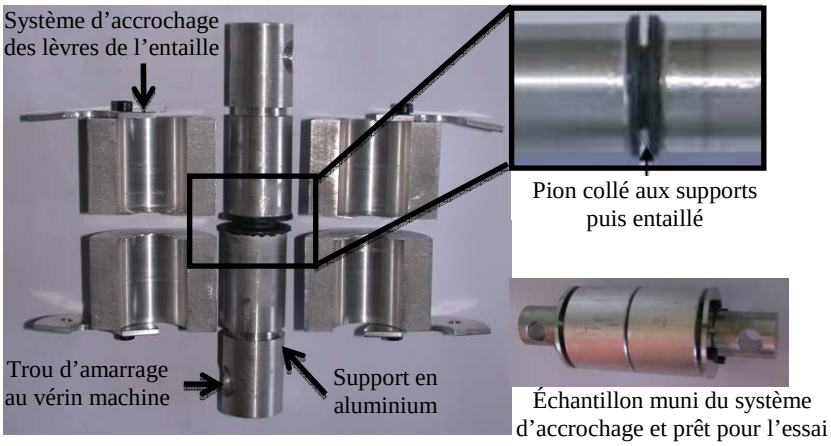


Figure VI. 9. Eprouvette d'essai de délaminage en mode ouverture (mode 1).

En effet, des pions cylindriques d'à peu près 4mm d'épaisseur et de 22 mm de diamètre sont prélevés dans une plaque avec tous les plis orientés dans la même direction. Les faces perpendiculaires à l'épaisseur sont ensuite sablées au corindon 300 µm puis collées avec une colle Araldite spéciale pour thermoplastiques à deux supports identiques en aluminium, dont les faces ont également été sablées. L'épaisseur de la colle est la plus fine possible afin de favoriser le transfert de charge entre les supports et le pion et éviter de solliciter finalement la colle plutôt que les interfaces entre les plis. Après le collage, un sillon circulaire d'environ 2mm de largeur est creusé à l'aide d'une meule diamantée sur le pion coincé entre les deux supports en aluminium. L'objectif de cette opération étant de diminuer au maximum la surface résistante des interfaces du pion afin de favoriser la rupture aux interfaces entre les plis et éviter que celle-ci ne survienne aux interfaces entre le pion et les deux supports en aluminium. C'est dans cette logique qu'un système spécial représenté à la figure VI.9 et qui permet d'agripper les lèvres du pion entaillé est rajouté afin de garantir une rupture aux interfaces entre les plis. L'éprouvette complète est alors montée sur une machine INSTRON pour un essai de traction statique à 0,25mm/min. Une caméra permet de visualiser ce qui se passe au fond de la gorge de l'entaille. L'ensemble du dispositif d'essai est illustré à la figure VI.10 ainsi qu'un exemple d'éprouvette rompue en délaminage.

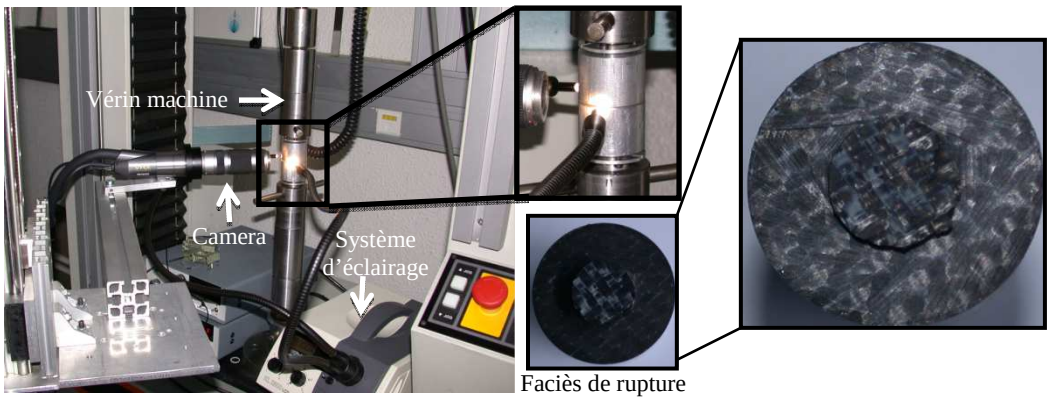


Figure VI. 10. Dispositif complet d'essai de délaminage en mode ouverture et exemple d'éprouvette rompue

Les résultats obtenus sont représentés à la figure VI.11. Les courbes en noir représentent les éprouvettes sollicitées sans système d'accrochage et qui ont rompu au niveau de colle (interface support/pion). En rouge, les éprouvettes munies du système d'accrochage et pour lesquelles la rupture se produit à l'interface entre les plis comme souhaitée. On peut remarquer que les pentes des courbes de chargement sont quasiment les mêmes, signe d'une bonne fiabilité des essais. Nous obtenons finalement une valeur moyenne du paramètre σ_{zz}^{D} égal à 25,78 MPa.

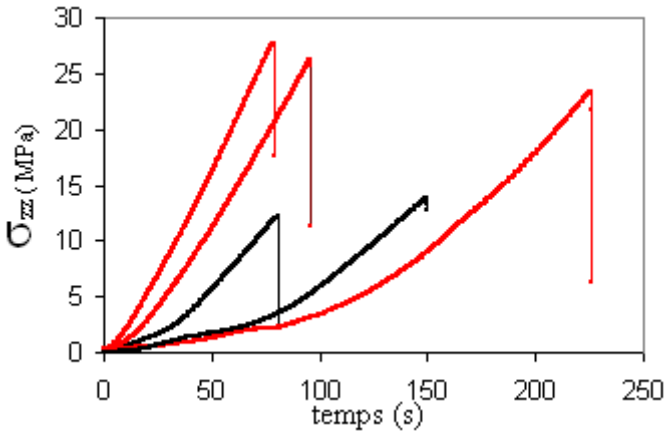


Figure VI. 11. Courbes de chargement des éprouvettes sans (en noir) et avec (en rouge) système d'accrochage.

VI.3.3.2.2. Les modes de cisaillement (modes 2 et 3)

À ce stade de l'étude, il nous reste trois paramètres (y_0, σ_{xz}^{D} et k) à identifier, tous liés au mode cisaillement. Pour le faire nous mettrons en œuvre la méthode EDT proposée par Lecuyer [Lecuyer et Engrand, 1992] et largement décrite dans la littérature [Lorriot *et al*, 2003], [Pongsak, 2007], [Bassery et Renard, 2011]. Ainsi, nous ne rappellerons ici et de façon très brève que les principes de cette méthode.

Le principe des essais EDT proposés par Lecuyer s'appuie sur deux observations faites par des chercheurs avant lui. La première est celle de Herakovich [Herakovich, 1981] qui permet de trouver des éprouvettes de traction dont la séquence d'empilement favorise l'apparition du délaminage en mode 2 et 3 sur ses bords libres. En effet, en corrélant l'apparition du délaminage aux bords libres d'une éprouvette en traction avec les différences de coefficients de Poisson et de couplage extension-cisaillement entre les couches voisines des stratifiés, Herakovich montre que le délaminage est prépondérant aux interfaces de type +θ/-θ avec un maximum à θ = 11,5°. Ces observations ont été corroborées par de nombreux chercheurs après lui et les séquences les plus répandues dans la littérature sont de type [+θn /-θn]s ou $[0°_m$ /+θn /-θn]s avec 0° < θ < 35°.

La seconde observation est celle de Brewer et Lagace [Brewer et Lagace, 1988] qui ont démontré que plus était importante l'épaisseur du matériau, plus facile était l'initiation du délaminage, traduisant ainsi un certain effet de volume (l'hypothèse des contraintes planes étant de moins en moins vérifiée avec l'augmentation de l'épaisseur). En s'appuyant donc sur ces observations, Lecuyer et Engrand ont proposé la démarche inverse suivante:

- Pour un type de séquence, on considère plusieurs épaisseurs, et pour chaque épaisseur on mesure expérimentalement la résultante des efforts de traction à l'initiation/propagation du délaminage.

- Ensuite, on simule l'essai de traction pour chacune des épaisseurs testées en appliquant comme conditions aux limites la résultante des efforts mesurée expérimentalement. Puis pour chaque épaisseur simulée, on trace la contrainte antiplane moyenne à l'interface en fonction de la distance au bord libre. Lecuyer et Engrand postulent alors que comme les paramètres recherchés sont des caractéristiques du matériau (donc indépendants de la géométrie), toutes les courbes des différentes épaisseurs passeront par un même point dont les coordonnées seront les paramètres recherchés. La méthode s'opère donc en deux temps : primo la mesure expérimentale de la résultante des efforts de traction à l'initiation/propagation du délaminage, et secundo la simulation des essais par la méthode des éléments finis (EF) pour l'identification des paramètres recherchés.

VI.3.3.2.2.1 Mesure expérimentale des efforts à l'initiation du délaminage

VI.3.3.2.2.1.1 Les éprouvettes et le dispositif expérimental

Pour notre étude, nous avons choisi des stratifiés de type [0°/+θn /-θn]s avec θ = 20° et 30°, et n = 1 et 2. Cela fait deux types de séquences différentes et pour chacune d'elles, nous avons deux épaisseurs différentes, l'une à cinq plis et l'autre à huit plis. Le choix d'avoir un pli orienté à 0° en surface des empilements ainsi que des angles d'orientation des plis de 20° et 30° est fait afin d'obtenir des délaminages un peu moins brutaux et qui nous laissent le temps de les détecter. Cela aurait été plus compliqué avec des angles trop proches de l'optimum (11°) déterminé par Herakovich. Les éprouvettes de traction sont préparées suivant la même procédure décrite au chapitre III et leur tranche est polie miroir pour les observations in situ.

Pour ce qui est du dispositif expérimental, l'enjeu majeur est de pouvoir détecter le moment exact de l'amorçage du délaminage, c'est-à-dire la fin de la phase d'initiation et le début de celle de sa

propagation. Pour cela, nous avons mis en œuvre une caméra qui permet d'observer la tranche polie de l'éprouvette in situ en cours d'essai. Nous disposons également d'un système d'acquisition d'émission acoustique qui enregistre le nombre et les paramètres (durée, amplitude, fréquence, énergie et énergie cumulée) des signaux sonores émises par les différents endommagements qui surviennent au sein du matériau en cours du chargement. L'analyse des données issues de ces deux sources d'information nous permettra d'approcher au plus près l'amorçage du délaminage. L'ensemble du dispositif est représenté à la figure VI.12 et le système d'acquisition acoustique est décrit en détail par Pongsak [Pongsak et Renard, 2012].

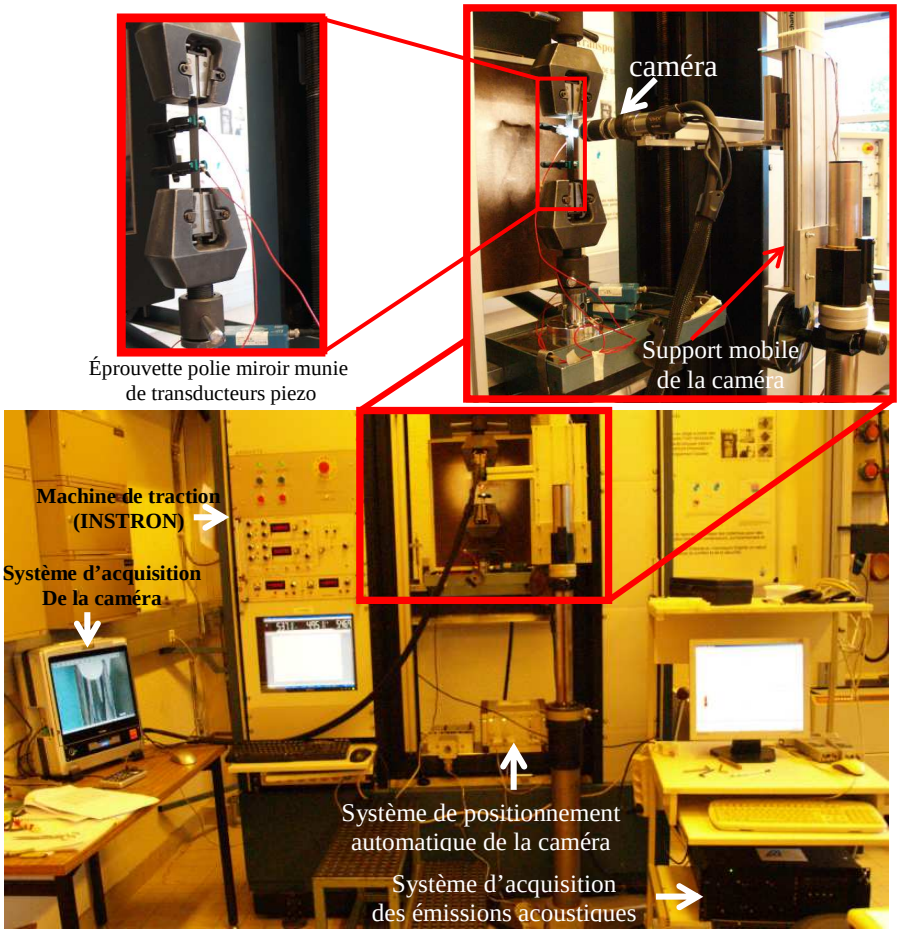


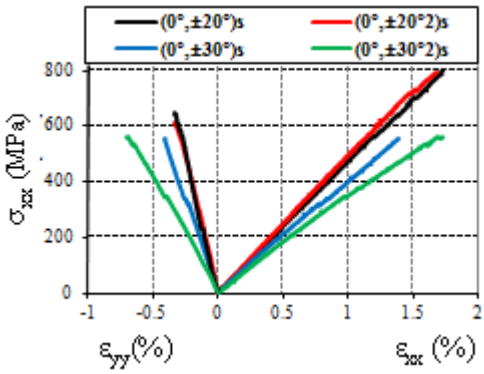
Figure VI. 12. Dispositif complet de détermination expérimentale de la charge à l'initiation du délaminage.

VI.3.3.2.2.1.2 Résultats et analyses

Une première série d'éprouvettes de chacun des quatre stratifiés a été testée à des vitesses de 2, 0,5 et 0,25mm/min afin d'une part de mesurer les propriétés en traction quasi-statique (module de Youg, résistance mécanique et coefficient de poisson), mais aussi de trouver la vitesse de sollicitation adéquate pour ne pas saturer le système d'acquisition acoustique. Cette vitesse doit laisser le temps au système d'acquisition d'enregistrer tous les évènements (sons) se produisant dans le matériau avant

l'incrémentation de la charge. Les courbes expérimentales et les propriétés mécaniques mesurées sont résumées à la figure VI.13.

On peut remarquer que les matériaux ont un comportement quasi-élastique jusqu'à rupture avec cependant un léger comportement inélastique pour les stratifiés aux plis orientés à 30°. On note également un effet de vitesse important sur la résistance mécanique des stratifiés à cinq plis, contrairement à celle des séquences à huit plis qui ne semblent pas très affectée. Lorsqu'on compare les valeurs expérimentales à celles obtenues par la théorie des stratifiés en utilisant les propriétés mécaniques du pli élémentaire mesurées au chapitre III, on constate qu'on a un très faible écart. Cette observation permet de valider les propriétés du pli élémentaire qui seront utilisées pour les calculs EF d'identification des paramètres. A l'issue de ces essais, la vitesse de 0,25mm/min a été retenue car étant la plus adaptée au système d'acquisition d'émission acoustique.



	E_x (GPa)	ν_{xy}	Résistance (MPa)
(0, ±20)s	47,51 51,50	0,26 0,15	803,74 820,00
$(0,\pm20_2)s$	49,20 47,70	0,24 0,22	791,13 793,39
(0, ±30)s	41,37 43,30	0,30 0,29	553,23 686, 36
$(0,\pm30_2)s$	37,50 38,59	0,40 0,36	566,10 583,95

Figure VI. 13. Courbes de traction quasi statique à 2 mm/min et propriétés mécaniques obtenues. En bleue les valeurs obtenues avec la théorie des stratifiés et en rouge les valeurs obtenues pour une vitesse de 0,25 mm/min.

- ## Observations in situ à la caméra et en microscopie optique

Après cette première étape, la mesure expérimentale de la force de traction provoquant l'initiation/propagation du délaminage peut réellement commencer sur les éprouvettes dont la tranche a été polie. L'analyse se fait par cycles successifs de charge, décharge complète et recharge partielle pour observation de la tranche. La recharge est réalisée afin d'ouvrir légèrement les éventuels dommages (fissures, délaminages) qui se seraient produits lors de la charge et les rendre visible à la caméra lors du balayage de la tranche. Toutefois, pour ne pas modifier l'état d'endommagement du matériau lors de l'observation, la recharge est limitée à 50% de la charge. Les enregistrements acoustiques quant à eux ne sont effectués uniquement que lors de la charge. Le palier minimum de chargement des éprouvettes est de 20% de leurs contraintes à rupture (valeurs indiquées en rouge dans le tableau de la figure VI.13).

La figure VI.14 représente les observations in situ de la séquence [0/+20/-20]s faites par la caméra en cours d'essai et résume le processus de dégradation du matériau jusqu'à sa rupture. L'image (a) représente le matériau à l'état sain avant toute sollicitation et on peut y voir clairement les mèches onduler. On peut également remarquer que l'interface entre plis n'est pas un plan régulier comme

dans le cas des UD mais est constitué de petits bouts de mèches qui se touchent de façon discontinue sur des distances relativement faibles. De plus sur un même plan, on peut passer d'une interface inter plis à une interface intra pli. Nous verrons plus loin que cette configuration de la microstructure du tissu n'est pas sans conséquences sur le mécanisme de délaminage. La microstructure du matériau reste saine jusqu'à environ 40% de la contrainte à rupture (image (b)) où on voit apparaitre les premières amorces de fissures dans les mèches transverses des plis périphériques orientés à 0°. Cela est tout à fait logique dans la mesure où ce sont ces plis qui supportent la majeure partie de la charge et il est donc normal qu'ils soient les premiers à être affectés. On note également l'apparition aux interfaces entre les mèches des sortes de petits points blancs discontinus qui représentent en fait des décollements ponctuels qu'on peut associer à des micro-délaminages.

Lorsque la sollicitation se poursuit, ces points blancs aux interfaces se font de plus en nombreux et semblent coalescer progressivement pour former des lignes presque continues. A environ 60 % de la charge à rupture (image(c)), on voit apparaitre les premiers sites d'amorçage de fissures dans les mèches transverses des plis orientés à 20°. Cela est une preuve que ces derniers ont de plus en plus de mal à transférer leur charge aux plis à 0° et que les interfaces qui sont les lieux de ces transferts de charge commencent à être sérieusement affectées. A à peu près 80% de la résistance mécanique (image (d)), on observe que certaines interfaces sont désormais d'un blanc/vide continu et bien appuyé : on peut désormais parler de délaminage proprement dit. Si on poursuit le chargement, à environ 95% de la contrainte à rupture (image (e)), les mèches transverses des plis orientés à 0° présentent chacune de nombreuses fissures bien ouvertes. La quasi-totalité des interfaces sont désormais d'un blanc quasi-continu et les mèches des plis à 20° présentent également de grosses fissures béantes. Des images prises après rupture de l'éprouvette (image (f)) dans la zone proche du point de rupture montrent bien le rôle important joué par le délaminage, qui se produit de préférence le long des interfaces qui présentait une blancheur appuyée.

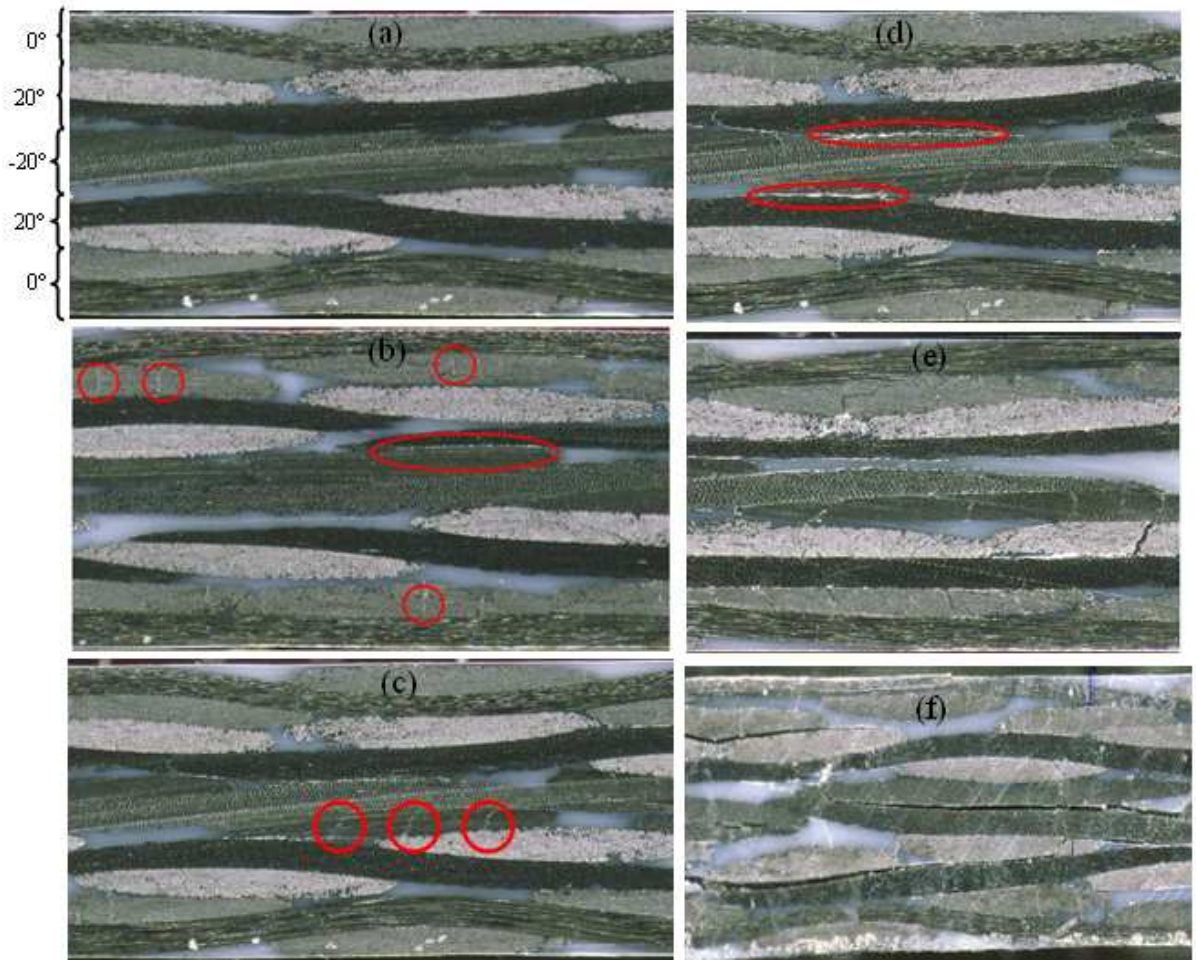


Figure VI. 14. Observation in situ à la caméra de la tranche polie du stratifié [0/+20/-20]s au cours du chargement : (a) matériau sain ; (b), (c) et (d à 40%, 60% et à 80% de la résistance ; (f) après la rupture.

Ces observations faites sur la séquence [0/+20/-20]s à cinq plis sont aussi valables pour la séquence [0/+30/-30]s qui s'est comportée de façon identique tant du point de vue de l'enchainement des mécanismes d'endommagements que du niveau des contraintes aux quelles ils surviennent. En se basant sur ces observations, nous pouvons situer à environ 90% de leur résistance en traction le niveau de contrainte pour lequel on a un début de propagation brutale du délaminage dans ces séquences à cinq plis. En effet, pour qu'il y'ait propagation du délaminage, il faut d'une part achever la phase d'initiation qui à notre avis correspond à l'apparition des premières traces blanches continues aux interfaces. C'est ce que nous avons observé à environ 80% de la contrainte à rupture. De plus, comme l'a souligné Bathias [Bathias, 1995], la propagation du délaminage nécessite un taux important (saturation) de fissures transverses dans les mèches/torons qui serviront en quelque sorte de court circuit de propagation. Or nous avons observé que ces taux importants de fissures bien ouvertes apparaissaient dans les stratifiés à cinq plis entre 85% et 95% de leur résistance en traction, d'où notre

conclusion de situer la contrainte de début de propagation du délaminage dans cette gamme là. Bien entendu cela reste à confirmer par les données de l'émission acoustique.

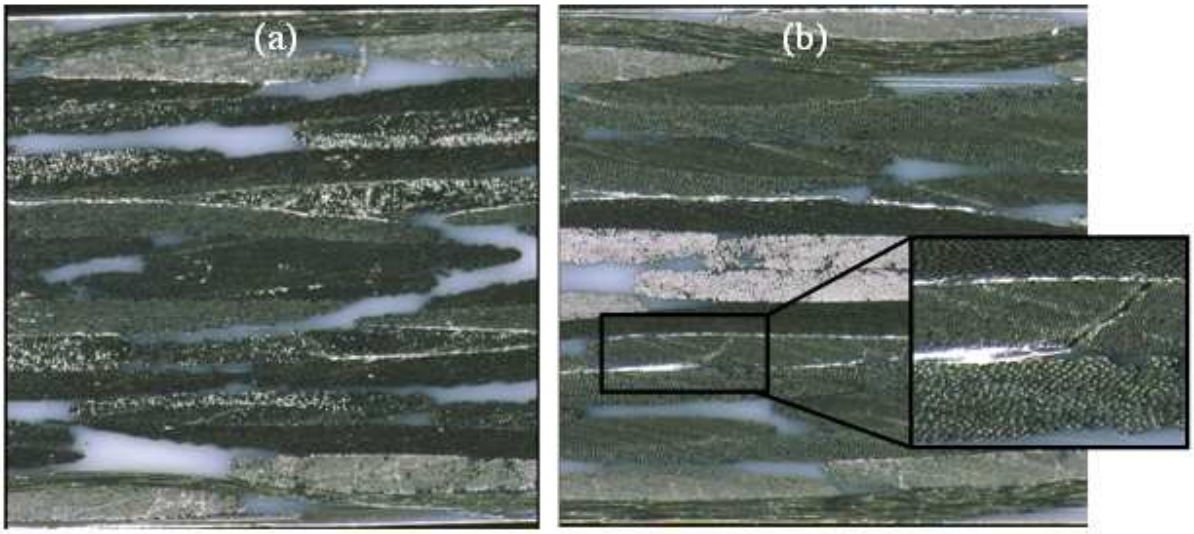


Figure VI. 15. Microstructures des stratifiés $[0/+30_2/-30_2]s$ (a) et $[0/+20_2/-20_2]s$ (b) à 60% et 70% de leur résistance mécanique.

Concernant les séquences à huit plis ($[0/+20_2/-20_2]s$ et $[0/+30_2/-30_2]s$), l'ordre d'apparition des différents dommages reste le même que celui décrit pour les séquences à cinq plis mais avec des niveaux de contraintes très différents. En effet pour ces séquences, on remarque comme le montre la figure VI.15 que dès 60% de la contrainte à rupture, on a des interfaces d'un blanc bien appuyé et continu alors que cette phase se manifestait à 85% au moins pour les séquences à cinq plis. De plus, à 70% de la contrainte à rupture, les mèches des plis orientés à 20° et à 30° présentent des grosses fissures béantes, endommagement qu'on n'observait qu'à partir de 90% pour les séquences à cinq plis. Ces observations confirment bel et bien l'effet de l'épaisseur (ou de volume) sur le délaminage mis en évidence par Brewer et Lagace [Brewer et Lagace, 1988]. Ainsi, pour ces séquences à huit plis, ces observations nous permettent de situer les contraintes de début de propagation du délaminage entre 60% et 70% de leurs résistances. L'émission acoustique permettra une fois de plus de vérifier ces conclusions.

- ## Observations par émission acoustique

Plusieurs approches existent pour étudier l'endommagement des matériaux composites par émission acoustique. L'une d'elles consiste à détecter chaque type de dommage par l'amplitude de l'onde émise lors de son apparition et exige par conséquent une connaissance préalable de l'amplitude de chacun d'eux. Cette méthode est très utilisée dans le cas des composites à matrice organique, à armures UD et à fibres longues de verre pour lesquels sont clairement définis les ordres de grandeur des différents types d'endommagement [Mechraoui *et al*, 2012]. Par contre dans le cas des composites tissés à fibres de carbone, son utilisation reste problématique car l'amplitude du son émis

par le délaminage est très difficile à isoler des autres défauts. Une autre approche consiste à utiliser le nombre cumulé d'évènements intervenant dans le matériau comme observable. Une élévation brusque de ce nombre traduira un évènement important ou annoncera le début de la ruine totale du matériau dont l'apparition/propagation du délaminage est un précurseur. Ce deuxième observable n'est pas mieux que le précédent car les ruptures de fibres et les fissures de la matrice étant de loin les plus nombreuses, le nombre de délaminages crées n'aurait quasiment aucune influence sur cet observable. Les deux dernières approches que nous privilégierons consistent à prendre pour observables la durée des signaux et leur énergie.

En effet, les défauts les plus énergétiques sont le délaminage qui implique des décollements sur de grandes surfaces et la rupture des fibres. Les autres dommages (microfissures, fissuration transverse de la matrice…) étant quant à eux des dommages de faible énergie. Par ailleurs, la durée du signal sera beaucoup plus longue pour le délaminage que pour la rupture des fibres. Ainsi, l'apparition du délaminage devrait se traduire à la fois par une forte énergie et une longue durée du signal. Les résultats tirés de l'émissions acoustique pour les différents stratifiés sont résumés aux figures VI.16 et VI.17. Les images (a) représentent l'amplitude en décibels des évènements en fonction de la contrainte de sollicitation, les images (b) le nombre cumulé d'évènements en fonction de la contrainte, les images (c) la durée des signaux en fonction de leur énergie, et enfin les images (d) le nombre cumulé des signaux de longue durée et de forte énergie en fonction de la contrainte de sollicitation.

Lorsqu'on observe les spectres de l'amplitude (images (a)), on se rend compte que pour tous les matériaux, nous avons des fortes amplitudes (jusqu'à 100 décibels) dès le début de la sollicitation. Cela peut paraitre surprenant car on ne s'attend pas à des défauts majeurs aux contraintes aussi basses. Ces fortes amplitudes peuvent être associées à des ruptures isolées de fibres au sein du matériau, ce qui rend ces spectres inutilisables pour la détection du délaminage qui est noyé au milieu de toutes ces ruptures de fibres et autres fissurations de la matrice. L'allure de ces spectres d'amplitude le montre d'ailleurs très bien puisqu'ils ont l'air homogène tout au long du chargement et ne dégage pas une zone de transition bien claire vers le délaminage.

En ce qui concerne les spectres du nombre cumulé d'évènements (images (b)), toutes les séquences présentent à peu près la même allure avec une rupture forte de pente indiquant l'amorce de la ruine finale du matériau. L'exploitation de ces spectres pour l'identification de l'initiation/propagation du délaminage est difficile dans la mesure où ces derniers sont un mélange de tous les endommagements possibles. Toutefois, en traçant la pente de la phase de progression constante de ces courbes, on peut déterminer les valeurs approchées des contraintes à partir des quelles on a une instabilité globale des dommages dans les différents stratifiés. Ces valeurs ne devraient pas être très loin des contraintes d'initiation /propagation du délaminage puisque comme nous l'avons mentionné, la propagation du délaminage est un précurseur de la ruine totale des stratifiés.

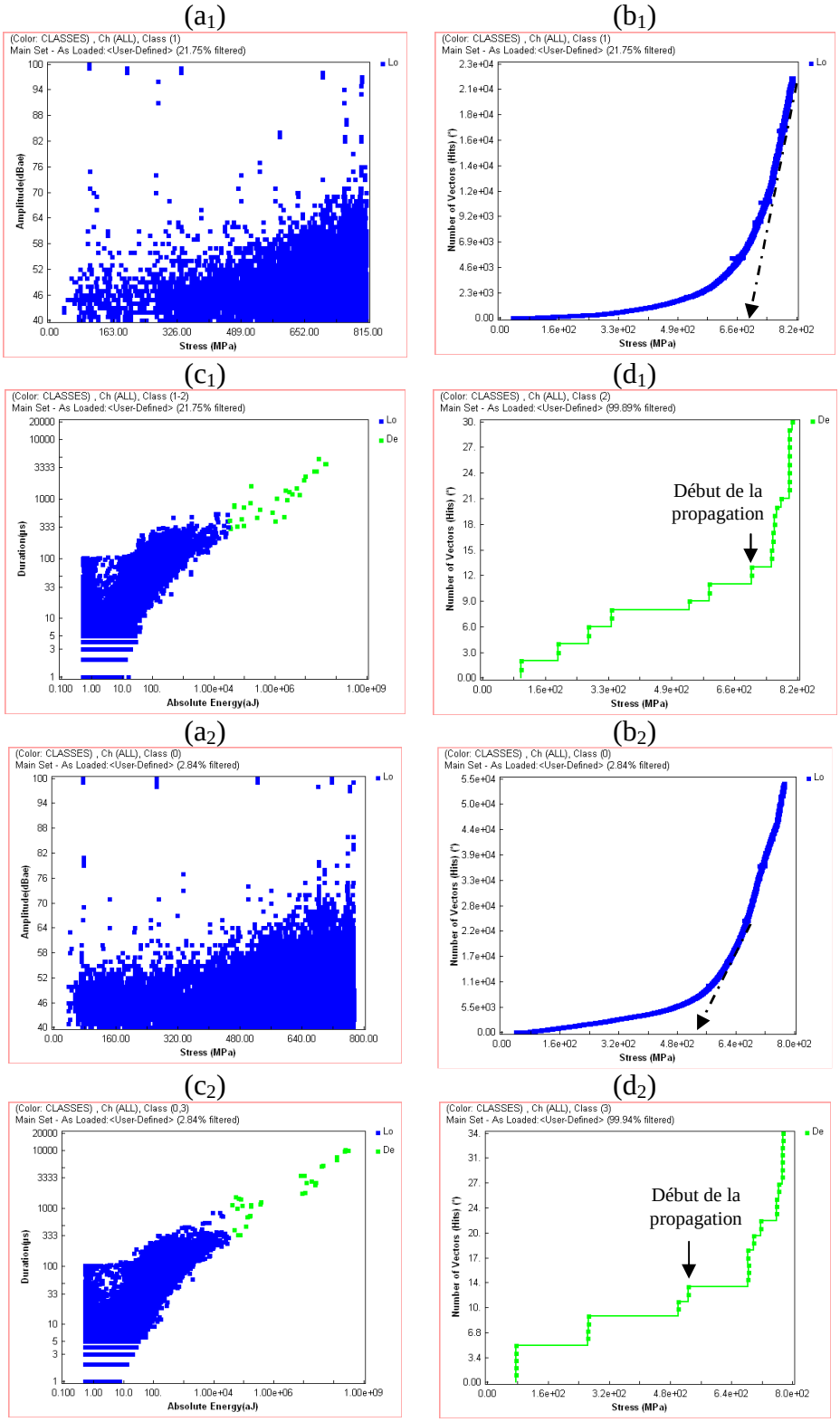


Figure VI. 16. Spectres d'EA des stratifiés [0/+20/-20]s (a_1, b_1, c_1, d_1) et [0/+20_2/-20_2]s (a_2, b_2, c_2, d_2) :

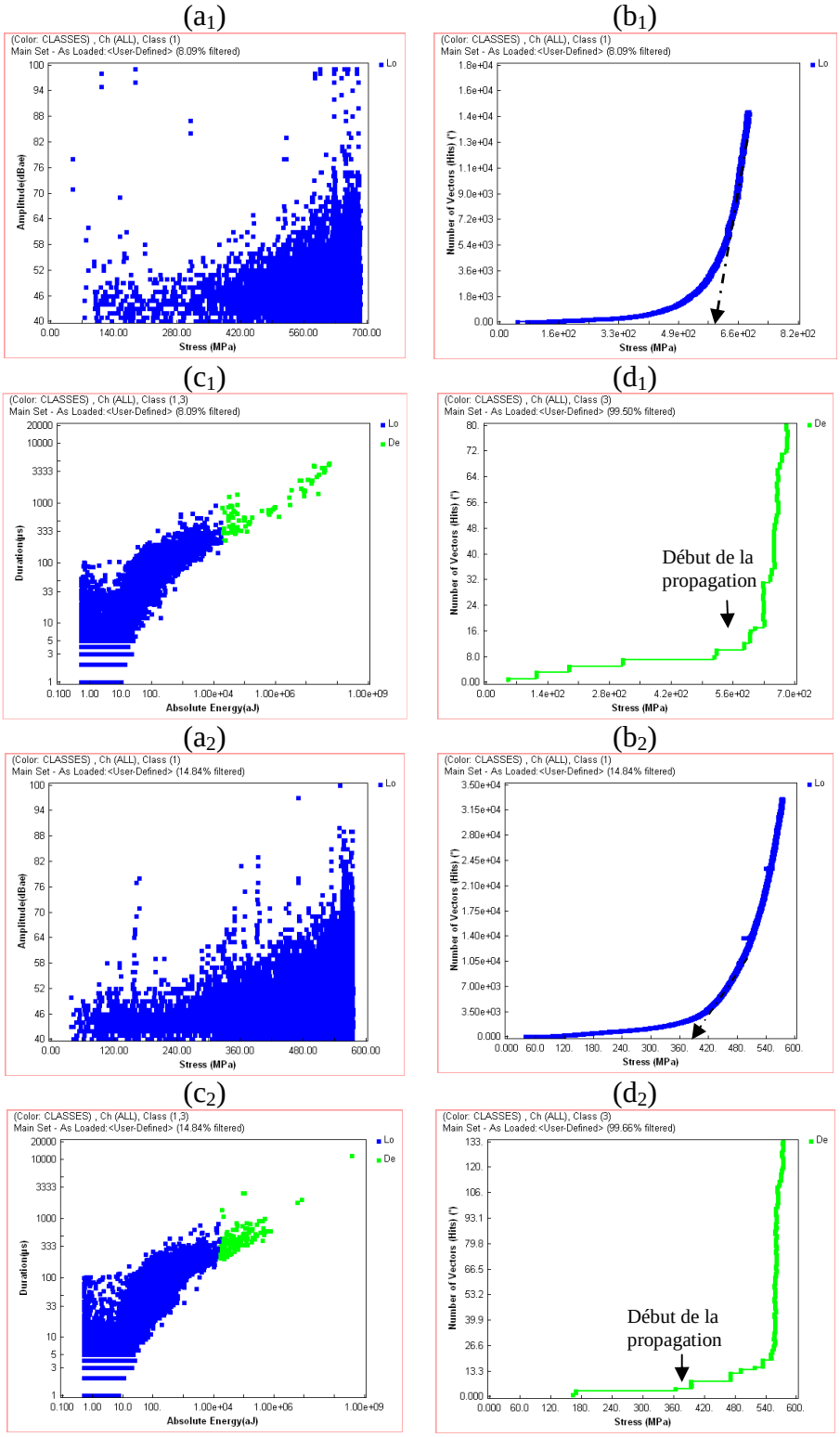


Figure VI. 17. Spectres d'EA des stratifiés [0/+30/-30]s (a_1, b_1, c_1, d_1) et [0/+30_2/-30_2]s (a_2, b_2, c_2, d_2) .

Pour ce qui est des spectres du nombre cumulé des signaux de forte énergie et de longue durée en fonction de la contrainte appliquée (images (d)) eux même déduits des spectres de l'énergie des signaux en fonction de leur durée (images (c)), on peut remarquer en premier lieu une évolution en forme d'escalier pour les quatre séquences. Cette forme de graphe en escalier peut très bien s'expliquer. En effet, si on regarde la microstructure du tissu, on se rend compte que l'interface entre les plis n'est pas un plan continu comme dans les UD mais, est formée de zones de contacts entre les mèches séparées par la matrice. Ainsi, lorsque deux mèches en contact se décollent, ce délaminage arrête sa progression lorsqu'il rencontre la matrice et c'est un avantage des tissus par rapport aux UD. Ces décollements isolés peuvent intervenir très tôt dans le matériau et ce sont ces derniers qui expliqueraient les sauts d'énergies (escaliers) isolés sur les spectres. Lorsque ces décollements atteindront un nombre critique, ils vont coalescer via les fissures transverses de la matrice dans les mèches et amorcer la rupture finale du matériau. Concernant le cas particulier des séquences [0/+20/-20]s et [0/+20_2/-20_2]s, on note des escaliers réguliers tout au long du chargement. Leurs spectres ne sont pas faciles à interpréter car on n'y distingue pas vraiment deux phases, mais plutôt une certaine régularité des escaliers jusqu'à la phase finale. Cependant, si on considère que la fin de la phase d'initiation du délaminage correspond au dernier évènement significatif avant une propagation en cascade (escaliers plus rapprochés), alors on peut estimer à environ 740 MPa et 490 MPa les contraintes de début de propagation respectivement pour les stratifiés [0/+20/-20]s et [0/+20_2/-20_2]s. Ces valeurs correspondent respectivement à 90% et 62% de leurs résistances, et sont toutes à fait dans la gamme prédite par les observations in situ avec caméra.

Dans le cas des stratifiés [0/+30/-30]s et [0/+30_2/-30_2]s , les spectres sont plus parlants puisqu'on y distingue deux phases bien distinctes. Pour le stratifié [0/+30/-30]s, on peut situer le début de la phase de propagation du délaminage à environs 620 MPa soit environ 90% de sa contrainte à rupture, ce qui est en accord avec les observations à la caméra. Quant au stratifié [0/+30_2/-30_2]s, on peut situer l'amorçage de la phase de propagation à environ 360 MPa, soit 60% environ de la contrainte à rupture, pourcentage également en accord avec la gamme prévue par les observations à la caméra.

Pour conclure cette phase expérimentale, on peut dire que déterminer le moment exact où débute la propagation du délaminage est une tâche extrêmement difficile dans le cas des composites tissés. Cette difficulté provient en grande partie de leur armure assez complexe qui ne permet pas des délaminages sur des grandes distances comme pour les UD. Cela ne permet pas une détection nette ni à l'œil (caméra, microscope) ni par émission acoustique du début exact de la propagation. Cependant, en croisant toutes les données, nous arrivons quand même à approcher les contraintes de traction pour les quelles cette dernière débute. Elles valent environ 90% et 60% de leurs résistances respectivement pour les séquences à cinq plis et à huit plis.

VI.3.3.2.2.2 Identification numérique des paramètres

Pour identifier les quatre paramètres restant du critère, nous devons simuler les essais de traction réalisés sur les quatre séquences ([0/+20/-20]s, [0/+20_2/-20_2]s, [0/+30/-30]s et [0/+30_2/-30_2]s). Puisque l'analyse porte sur les contraintes antiplanes, un calcul 3D s'impose. Cela passe par l'établissement au préalable de la matrice de comportement élastique 3D du pli élémentaire du matériau.

VI.3.3.2.2.2.1 Construction de la matrice d'élasticité 3D du pli élémentaire.

Le matériau dont il est question dans cette étude est orthotrope, c'est-à-dire qu'il possède trois plans de symétries perpendiculaires. La loi de comportement élastique 3D d'un tel matériau dans son repère d'orthotropie (1,2,3) où la direction 3 est celle de l'épaisseur est donnée par l'équation (VI-27). Au regard de cette loi de comportement et des mesures de propriétés du pli élémentaire de notre matériau réalisées au chapitre III, quatre paramètres nous font défaut pour définir de façon complète la matrice de souplesse de notre loi (VI-27). Ce sont E_3, G_{23}, ν_{13} et ν_{23}.

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{-\nu_{13}}{E_1} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & & \frac{1}{E_3} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & & & \frac{1}{G_{23}} & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & \textit{symétrie} & & & \frac{1}{G_{13}} & 0{,}00 \\ & & & & & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{Bmatrix} \qquad \text{(VI-27)}$$

Les directions principales 1 et 2 du tissu étant équivalentes puisqu'il est équilibré sens chaine et trame, on peut poser $G_{23} = G_{13}$ mesuré au chapitre III. De même, on peut poser $\nu_{13} = \nu_{23}$. Puisqu'il est extrêmement difficile d'accéder à ce coefficient à cause des faibles épaisseurs du matériau qui ne permettent pas la mesure par des jauges ou des capteurs, nous avons fixé sa valeur à 0,40. Cette valeur est dans la gamme rencontrée dans la littérature et nous montrons au chapitre VIII portant sur la modélisation du VER du satin 5 que le choix de cette valeur est tout à fait justifié. Il ne nous reste plus qu'à déterminer le module de traction E_3 dans l'épaisseur.

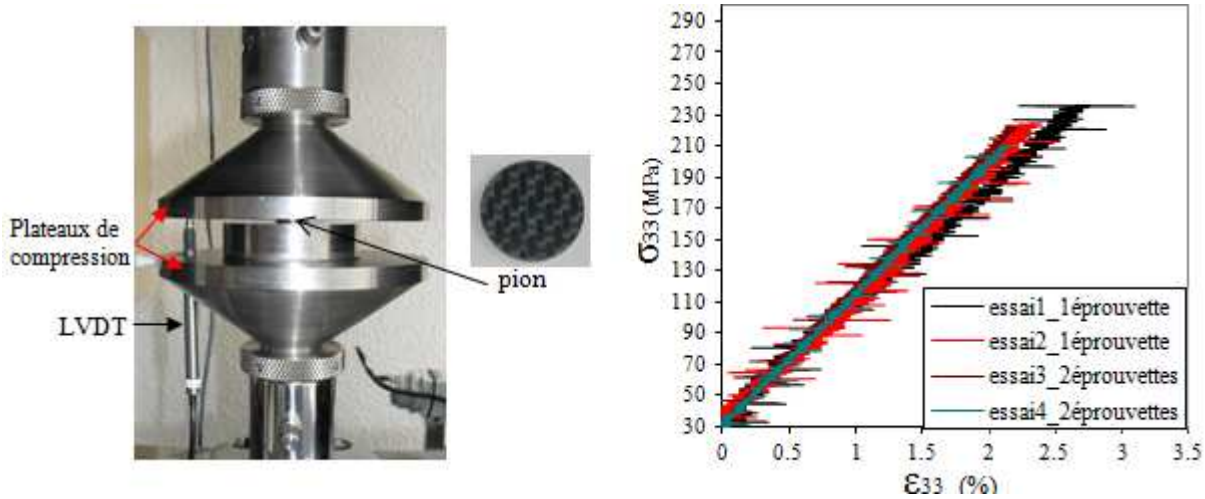


Figure VI. 18. Montage de compression pour la mesure du module E_3 et résultats obtenus.

Comme dans le cas du coefficient de poisson transverse ν_{13}, il n'est pas possible de réaliser un essai de traction dans l'épaisseur. Le module E_3 est donc approximé par un essai de compression (schématisé à la figure VI.18.) sur des pions cylindriques de 20mm de diamètre et de 2mm d'épaisseur avec l'hypothèse que le module en compression est égal au module en traction. Cette hypothèse est tout à fait justifiée dans la mesure où le comportement dans la direction de l'épaisseur est dominé par la matrice qui est un matériau isotrope. Dans certains cas, des éprouvettes ont été superposées afin d'avoir plus d'épaisseur. De plus, les faces en contact avec les plateaux de compression sont graissées au graphite pour éviter l'effet tonneau. Les résultats illustrés également à la figure VI.18 nous montrent une dispersion acceptable qui nous permet de déduire le module recherché. L'ensemble des propriétés du pli tissé élémentaire utilisées pour la construction de la loi de comportement (VI-27) sont résumées au tableau VI.9 ci-dessous.

E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
57,60 ± 2	57,10 ± 2	8,35 ± 1	4,50 ± 0 ,06	1,51± 0 ,08	1,51± 0 ,08	0,05	0,40	0,40

Tableau VI.9. Résumé des constantes élastiques du pli élémentaire tissé mesurées sur un stratifiés 0° à 7 plis.

VI.3.3.2.2.2.2 Maillage des éprouvettes et identification des paramètres

Seule la zone utile (sans les talons) des éprouvettes de traction est maillée à l'échelle mésoscopique (du pli). Cette zone utile fait 110mm de long sur 20mm de large. Chaque pli modélisé a une épaisseur de 300µm et ses propriétés sont données au tableau VI.19. Une petite zone utile du bord libre des éprouvettes qui sera analysée (figure VI.19) est maillée très finement, avec un pas h = 50µm dans la direction y. Ensuite, dans cette zone finement maillée, sont crées des lignes de nœuds aux interfaces entre les plis et au bord de l'éprouvette, dans la direction de l'épaisseur. Comme conditions aux limites, une contrainte de traction longitudinale (direction x figure VI.19) correspondant à 90% de leur résistance (valeurs en rouge à la figure VI.13) pour les séquences à cinq plis et 60% pour les séquences à huit plis est appliquée en bout d'éprouvette. Au cours des calculs et après chaque incrément, les valeurs des contraintes locales en chacun des nœuds des lignes de nœuds ainsi que les coordonnées de ces nœuds sont sauvegardées dans un fichier. Un programme permet ensuite de post-traiter ce fichier et d'obtenir finalement le tracé des différentes contraintes moyennes sans et avec effet de gradient (cf. équation VI-26) en fonction de la distance au bord libre. Ces maillages et calculs sont réalisés sous ZéBuLon, un code de calcul développé au centre des matériaux de l'école des mines de Paris et qui contient les outils facilitant l'implémentation des lois de comportement anisotropes.

Lorsqu'on observe les résultats des images (a) et (b) de la figure VI.20, on remarque dans un premier temps que les courbes de ces quatre séquences ne se coupent pas toutes au même niveau de contrainte. Les deux courbes des séquences contenant les plis orientés à 20° se coupent à une contrainte différente de celle des deux courbes des stratifiés contenant les plis orientés à 30°. Cependant, on se rend compte que ces courbes qui se coupent deux à deux le font quasiment à la même distance y du bord libre, c'est-à-dire à peu près 300µm. Cette distance peut être considérée comme le paramètre y_0 recherché et on constate qu'elle est quasiment égale à l'épaisseur d'un pli. Ce

résultat est en accord avec ceux obtenus par Bassery [Bassery et Renard, 2011] dans le cas d'un composite tissé satin 5 à matrice PPS qui est un thermoplastique comme le PEEK.

Concernant le paramètre σ_{xz}^{D}, les courbes des séquences [0/+30n/-30n] d'une part et [0/+20n/-20n] d'autre part (figure VI.20 (a) et (b)) se coupent en 56 MPa et 42 MPa soit 49 MPa de moyenne pour le cas sans effet de gradient, et en 49MPa et 65 MPa soit une moyenne de 57 MPa lorsqu'on en tient compte. La prise en compte de l'effet de gradient semble augmenter de 10 MPa la valeur de ce paramètre.

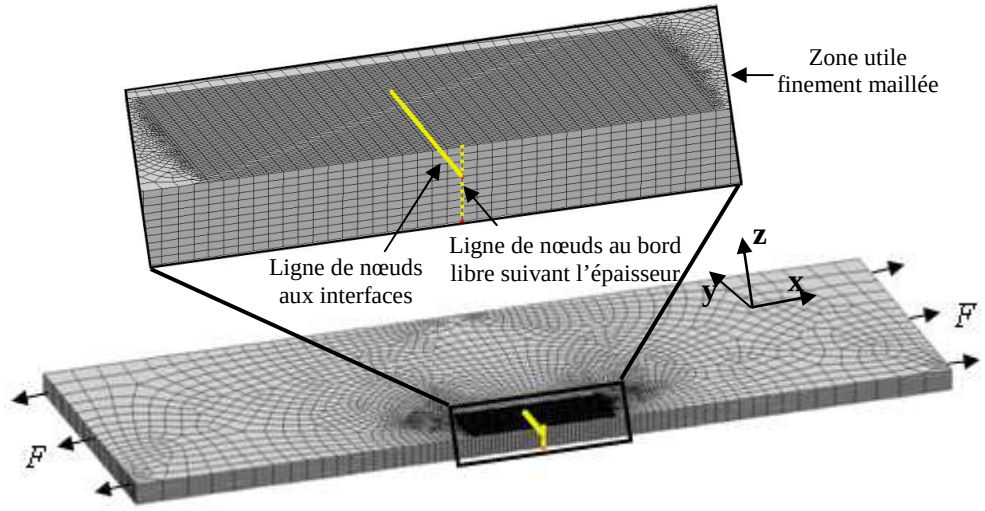


Figure VI. 19. Maillage 3D des éprouvettes pour les calculs d'identification des paramètres des modes 2 et 3.

Pour ce qui est du coefficient *k*, la figure VI.20 (c) nous montre que les interfaces interplis +θ/-θ présentent des contraintes normales de compression à l'interface dont il faudrait tenir compte au travers de *k*. En observant encore la figure VI.20 (c), on constate également que les contraintes de compression normales sont plus élevées aux interfaces des stratifiés [0/+30n/-30n]s par rapport aux stratifiés [0/+20n/-20n]s. Cela explique le fait que les courbes de contraintes moyennes de cisaillement de ces séquences (figures VI.20 (a) et (b)) se coupent deux à deux à des niveaux de contraintes différents, ce qui ne permet finalement pas d'obtenir une valeur unique du paramètre σ_{xz}^{D}. Cela signifie également que le délaminage des séquences [0/+30n/-30n]s demandera plus d'énergie que celui des séquences [0/+20n/-20n]s. On peut par ailleurs remarquer que loin de la zone de singularité (bord libre), les courbes de contraintes moyennes de cisaillement (figures VI.20 (a) et (b)) des stratifiés à même nombre de plis (huit plis d'une part et cinq plis d'autre part) se rejoignent. Cela suggère que les différences de comportement en cisaillement interlaminaire des interfaces des stratifiés de même épaisseur se limitent finalement qu'à la zone de singularité. Pour déterminer *k*, plusieurs possibilités se présentent :

Connaissant déjà y_0, σ_{zz}^{D} et σ_{xz}^{D}, la valeur de ce coefficient peut être déterminée en posant tout simplement que le critère donné par l'équation (VI-24) est égal à l'unité. Cependant, comme nous

l'avons constaté, la valeur de σ_{xz}^{D} n'est pas unique et il aurait fallu pour cela utiliser une séquence d'empilement affranchie des contraintes normales de compression aux interfaces. Une autre astuce pour déterminer simultanément *k* et une valeur unique de σ_{xz}^{D} est de rechercher une valeur de *k* telle que toutes les courbes des figures VI.20 (a) et (b) se coupent au même point. En nous inspirant des travaux de Bassery [Bassery et Renard, 2011] sur le carbone/PPS satin de 5, nous avons cherché une approximation de *k* autour de la valeur 0,8 qu'il avait trouvée dans le cas de son matériau. Nous aboutissons finalement à une valeur de *k* qui vaut 0, 75 pour notre matériau (carbone/PEEK satin de 5). Cette valeur qui semble très élevée pour un coefficient de frottement est liée à la viscosité importante des matrices polymères.

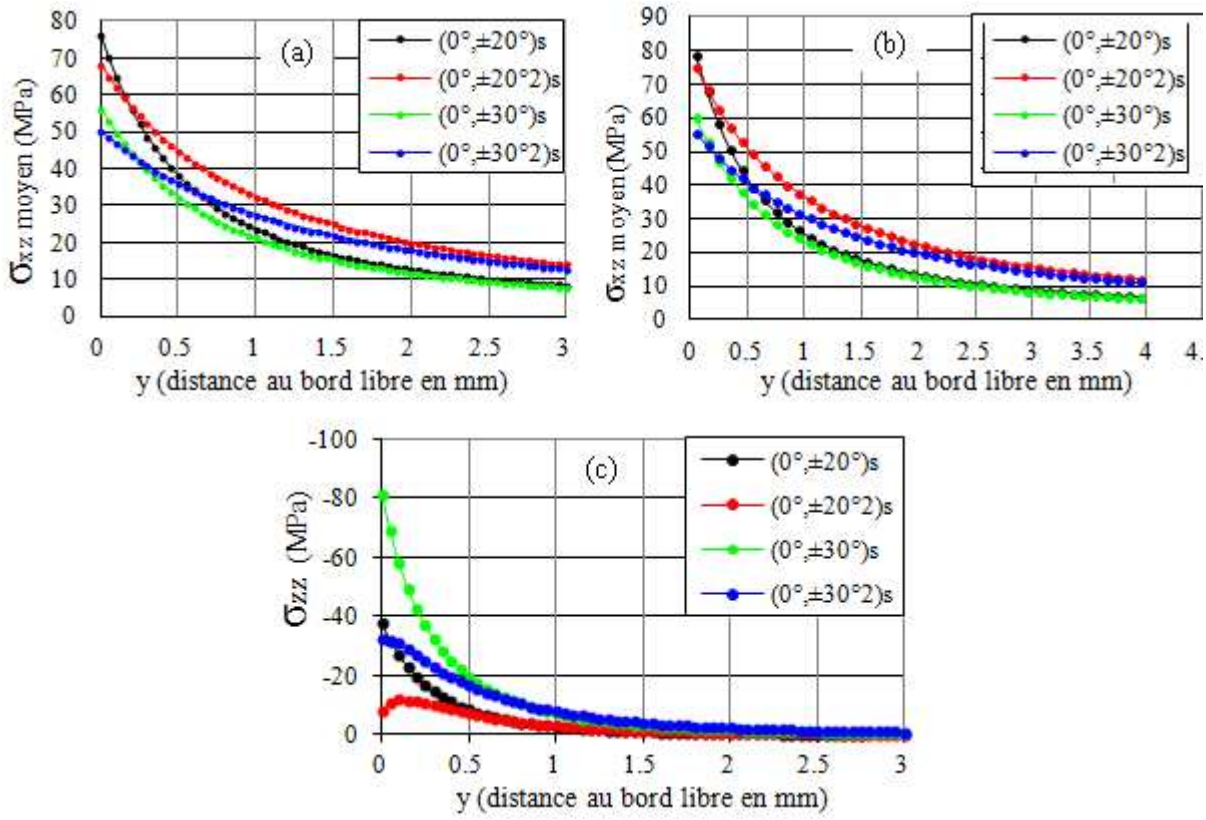


Figure VI. 20. Contraintes moyennes en fonction de la distance au bord libre de : (a) σ_{xz} sans effet de gradient, (b) σ_{xz} avec effet de gradient et (c) σ_{zz} sans effet de gradient.

Enfin, si on trace le graphe $\bar{\sigma}_{xz} - k\bar{\sigma}_{zz}$ avec *k* = 0,75 en fonction de la distance y au bord libre de l'éprouvette, on obtient la figure VI.21 où toutes les courbes se coupent finalement en un seul point. L'abscisse de ce point reste notre distance critique y_0 qui oscillait autour de 300µm et son ordonnée est la résistance de l'interface en mode cisaillement (σ_{xz}^{D}) qui vaut environ 52 MPa. Cette valeur n'est finalement pas très éloignée des valeurs moyennes (49MPa et 57 MPa) mesurées sur les deux types de séquences lorsqu'on ne tenait pas compte des frottements (figure VI.20 (a) et (b)). La figure VI.21

nous donne donc une assurance quant à la pertinence de la valeur du paramètre *k* trouvé. Le tableau VI.10 résume l'ensemble des paramètres du critère d'initiation/propagation du délaminage.

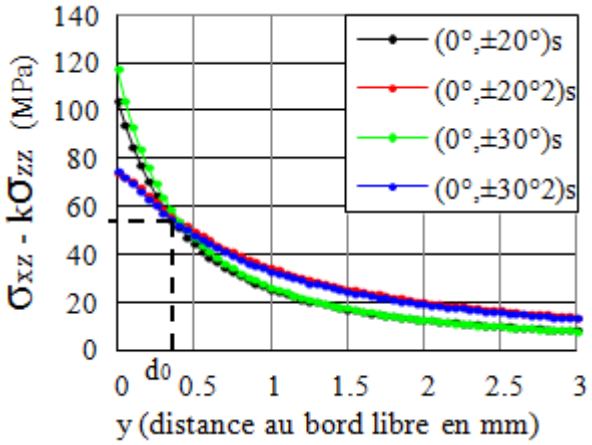


Figure VI. 21. Contraintes moyennes (sans effet de gradient) avec prise en compte du frottement en fonction de la distance au bord libre: $k = 0{,}75$ et $\sigma_{zz} < 0$.

y_0 (µm)	σ_{zz}^D (MPa)	$\sigma_{xz}^D = \sigma_{yz}^D$ (MPa)	*k*
300 (épaisseur d'un pli)	25,78	52	0,75

Tableau VI.10. Résumé des paramètres du critère de délaminage retenus. En rouge la valeur obtenue lorsqu'on tient compte des effets de gradient.

VI.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents critères utilisés couramment pour la prédiction de la rupture des stratifiés lisses et des stratifiés présentant des zones de singularités de contraintes comme les trous. Nous avons également présenté et identifié un critère permettant de prédire l'initiation/propagation du délaminage afin de dimensionner au plus près des capacités du matériau et réduire au besoin les coefficients de sécurité qui sont très importants lorsqu'on se focalise uniquement sur la rupture finale des matériaux. Dans les prochains chapitres, nous ferons appel à ces différents critères qui seront alors validés via des simulations d'essais particuliers et dans les calculs de structures réelles. On pourra en définitive comparer ces critères et établir un ordre hiérarchique entre eux en fonction de leur précision et de leur pertinence.

Bibliographie

[Allix *et al*, 1995] : O. Allix *et al*. "Damage analysis of interlaminar fracture specimens". Composites Structures 31, pp. 61-74, 1995.

[Bassery et Renard, 2011] : J. Bassery , J. Renard. "Etude du délaminage en fatigue des composites tissés carbone/PPS". Revue des Composites et des Matériaux Avancés, vol. 21, n° 10, pp. 345-380, 2011.

[Bathias, 1995]: Claude Bathias. “Une revue des methods de caractérisation du délaminage des matériaux composites”. Annales des Composites 1, pp. 5-25, 1995.

[Berthelot, 2005]: J. M. Berthelot. Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005.

[Brewer *et al*, 1988]: J.C. Brewer, P.A. Lagace. “Quadratic stress criterion for initiation of delamination”. J. Composite materials 22, pp 1141-1155, 1988.

[Camanho & Lambert, 2006] : Camanho P.P., Lambert M. “A design methodology for mehanically fastened joints in laminated composite materials”. Composites Science and Technology 66, pp. 3004-3020, 2006.

[Camanho *et al*, 2012] : Camanho P.P. *et al*. “A finite fracture mechanics model for the prediction of the open-hole strength of composite laminates”. Composites Part A 43, pp. 1219-1225, 2012.

[Daniel *et al*, 2008]: I. M. Daniel *et al*. “Three-dimensional characterization of textile composites”. Composites part B, 39, pp 13-19, 2008.

[Gineste, 1995]: Gineste Bernard. “Délaminage des stratifiés dus aux chargements transverses. Essai Arcan et critères macroscopiques”. Annales des Composites 1, pp. 37-45, 1995.

[Herakovich, 1981]: C. T. Herakovich. “On the relationship between engineering properties and delamination of composite materials”. J. Composite materials15, pp 336-348.

[Kim et soni, 1988]: RY. Kim, SR. Soni. “Experimental and analytical studies on the onset of delamination in laminated composites”. criterion for initiation of delamination. J. Composite materials 18, pp 70-80, 1984.

[Lecuyer et Engrand, 1992] : F. Lecuyer, D. Engrand. “A methodology for the identification of a criterion for delamination initiation”. JNC 8, November 1992.

[Lorriot *et al*, 2003]: Th. Lorriot *et al*. “Onset of free-edge delamination in composite laminates under tensile loading”. Composites part B 34, pp 459-471, 2003.

[Mechraoui *et al*, 2012]: Mechraoui S-E. *et al*. “Reliability of damage mechanism localisation by acoustic emission on glass/epoxy composite material plate”. Composite Structures 94, pp. 1483-1494, 2012.

[Minh-Seok et Xiao-Zhi, 1995]: Min-Seok Sohn et Xiao-Zhi Hu. “Comparative study of dynamic and static delamination behaviour of carbon fibre/epoxy composite laminates”. Composites 26, p. 849-858, 1995.

[Okutan, 2002]: B. Okutan. “The effect of geometric parameters on failure strenght for pin-loaded multi-directional fiber-glass reinforced epoxy laminate”. Composites part B 33, pp 567-578, 2002.

[Orifici *et al*, 2008]: A. C. Orifici *et al*. “Review of methodologies for composites material modelling incorporating failure”. Composite Structures 86, pp. 194-210, 2008.

[Pipes *et al*, 1979]: R. B. Pipes *et al*. “Notched strenght of composite materials”. J. Composite materials 13, pp 148-159, 1979.

[Pongsak, 2007]: N. PONGSAK. Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composites épais. Thèse de doctorat en Sciences et Génie des matériaux de l’école nationale supérieure des mines de Paris, Octobre 2007.

[Pongsak, 2010]: Pongsak N. “Comportement de composites tissés épais soumis à des sollicitations quasi statiques”. Revue des composite et des matériaux avancés, vol. 13, n°1, p. 41-80, 2010.

[Pongsak et Renard, 2012]: Pongsak N., Renard J. Use of acoustic emission to discriminate damage modes in carbon fibre reinforced epoxy laminate during tensile and buckling loading. ECCM15-15th European Conference on Composite Materials, Venice, Italy, 24 -28 June 2012.

[Renard *et al*, 2005] : Jacques Renard *et al*. Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère. Hermès, 2005.

[Santiuste *et al*, 2010]: C. Santiuste *et al*. "A comparison of progressive failure criteria in the prediction oh the dynamic bending failure of composite laminated beams". Composite Structures 92, pp. 2406-2414, 2010.

[Savin, 1961]: G. N. Savin. "Stress concentration around holes". Pergamon press, New york 1961.

[Timoshenko, 1979]: S. P. Timoshenko, J. P. Goodier. Theory of Elasticity, Third Edition. New York, NY:Mc Graw-Hill, pp. 92, 1979.

[Tsai et Wu, 1970] : S.W. Tsai, E. M. Wu. "A general theory of strenght for anisotropic materials". J. Composite materials 5, pp 58, 1971.

[Ullah *et al*, 2011] : Ullah H. *et al*. "Finite-element modelling of bending of CFRP laminates: Multiple delaminations". Computational Materials Science (2011), doi:10.1016/j.commatsci.2011.02.005.

[Walter & Deborah Pilkey, 2008]. W. D. Pilkey, Deborah Pilkey. Stress concentration factors. Peterson's, third edition, 2008.

[Whitney et Nuismer, 1974]: J. M. Whitney, R. J. Nuismer. "Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations". J. Composite materials 8, pp 253-265, 1974.

Chapitre VII :
Validation du comportement élastique et du critère de délaminage du stratifié carbone/PEEK satin 5.

RESUME : *Dans ce chapitre, il est question dans un premier temps de valider le comportement élastique orthotrope du pli élémentaire du carbone/PEEK satin de 5. A cet effet, nous avons choisi de modéliser par la méthode des éléments finis l'essai de flexion trois points que nous jugeons adapté à cette validation, puisqu'il met en œuvre simultanément les principaux modes de sollicitation (traction, compression et cisaillement) présents au sein des structures. La modélisation de cet essai nous permettra par la suite d'appliquer les critères de Hashin développés au chapitre précédent afin de caler le coefficient d'abattement à appliquer à la matrice de comportement de chaque élément du maillage subissant une dégradation suivant un des modes de rupture donnés. Enfin, la dernière partie de ce chapitre est consacrée à la validation du critère de délaminage identifié au chapitre précédent. Celle-ci se fait d'abord sur éprouvettes lisses puis sur éprouvettes trouées. Par ailleurs, les critères de Hashin sont également appliqués aux éprouvettes trouées afin des les valider d'une part, et d autre part de comprendre les mécanismes de dégradation conduisant à la rupture de ces éprouvettes.*

Les résultats obtenus montrent une bonne corrélation entre essais expérimentaux de flexion et la modélisation par éléments finis, validant ainsi la matrice de comportement orthotrope élastique 3D de notre matériau. Ensuite, l'application des critères de Hashin au modèle éléments finis de l'essai de flexion permet de conclure qu'un taux de dégradation progressif des propriétés mécaniques des éléments endommagés est nécessaire. En effet, ce taux progressif permet d'une part d'éviter les instabilités des calculs dues à une chute trop brutale des propriétés mécaniques d'un incrément à l'autre et d'autre part, de coller à une certaine réalité physique qui veut que l'élément endommagé ne casse pas de façon brutale mais transfert sa charge progressivement aux éléments voisins. Nous aboutissons à un taux optimum de 5% d'abattement après chaque incrément dès lors que l'endommagement de l'élément en question est activé. L'application aux éprouvettes trouées permet de constater l'efficacité de ces critères dans la prédiction du niveau de chargement à partir duquel le comportement macroscopique du stratifié commence à être affecté par l'accumulation de ces endommagements microscopiques. Ils permettent également de voir sur ces éprouvettes trouées comment se produit le délaminage aux interfaces où cela avait été prédit. Ces critères de Hashin qui sont d'une grande simplicité pourraient s'avérer être des outils assez puissants pour une première phase de dimensionnement des structures, et ceci avec une précision tout à fait acceptable. Quant aux critères de délaminage, les résultats montrent clairement que les paramètres identifiés sont valides avec une marge de précision acceptable. Même s'il demeure très difficile de distinguer les phases d'initiation et de propagation du délaminage, le critère identifié permet dans tous les cas de prédire un état d'endommagement avancé de la microstructure, précurseur de la ruine finale du stratifié.

VII.1 Validation du comportement élastique orthotrope du matériau 164
VII.1.1 La matrice de comportement du matériau 164
VII.1.2 Validation de la matrice élastique par essai de flexion trois points 164
VII.1.2.1 Le maillage 165
VII.1.2.2 Calculs et analyse 165
VII.2 Identification des critères de dégradation progressive de Hashin 166
VII.2.1 Problèmes liés à l'introduction des critères de Hashin dans le calcul 166
VII.2.2 Calculs et analyses 167
VII.3 Validation du critère de délaminage 170
VII.3.1 Validation sur éprouvette lisse (non trouée) 170
VII.3.1.1 Prédiction du délaminage par calculs éléments finis 170
VII.3.1.2 Comparaison calculs-essais et analyses 171
VII.3.2 Validation sur éprouvettes trouées 172
VII.3.2.1 Prédiction du délaminage par calculs 172
VII.3.2.2 Comparaison aux résultats expérimentaux et analyses 175
VII.4 Validation des critères de Hashin sur les éprouvettes trouées 178
VII.5 Conclusion 182

VII.1 Validation du comportement élastique orthotrope du matériau

VII.1.1 La matrice de comportement du matériau

La loi de comportement élastique d'un matériau orthotrope est donnée par l'équation (VII-1), où $[S_{ijkl}]$ et $[C_{ijkl}]$ sont respectivement les matrices de souplesse et de rigidité, inverses l'une de l'autre et dont les expressions sont données par la relation (VII-2).

$$\{\varepsilon_{ij}\} = [S_{ijkl}]\{\sigma_{kl}\} \text{ ou } \{\sigma_{ij}\} = [C_{ijkl}]\{\varepsilon_{kl}\} \quad \text{avec} \tag{VII-1}$$

$$[S_{ijkl}] = [C_{ijkl}]^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{-\nu_{13}}{E_1} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & & \frac{1}{E_3} & 0{,}00 & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & & & \frac{1}{G_{23}} & 0{,}00 & 0{,}00 \\ & \textit{symétrie} & & & \frac{1}{G_{13}} & 0{,}00 \\ & & & & & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \quad \textit{avec} \quad i, j, k, l = 1, 2, 3 \tag{VII-2}$$

Grâce aux mesures expérimentales des chapitres III et VI (mesure de E_3) qui ont permis de déterminer les propriétés élastiques du pli élémentaire résumées au tableau VII.1, on peut déterminer les coefficients de ces matrices. Il faut préciser que dans le tableau VII.1, la valeur de ν_{13} (= ν_{23} du fait de la symétrie du matériau) n'a pas pu être mesurée expérimentalement à cause de la faible épaisseur des échantillons. Fixée à 0,40, cette valeur est en accord avec nos calculs d'homogénéisation réalisés sur le VER du satin de 5 (cf. chapitre VIII) et qui rejoignent les calculs précédemment réalisés par Daggumati [Daggumati *et al*, 2010] sur la même armure. La matrice de comportement ainsi établie grâce aux mesures expérimentales sera validée en implémentant la loi de comportement de l'équation (VII-1) dans la modélisation par éléments finis de l'essai de flexion trois points. Cela fait l'objet du prochain paragraphe.

E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
57,60 ± 2	57,10 ± 2	8,35 ± 1	4,50 ± 0 ,06	1,51± 0 ,08	1,51± 0 ,08	0,05	0,40	0,40

Tableau VII.1. Résumé des constantes élastiques du pli élémentaire tissé mesurées sur un stratifiés 0° à 7 plis

VII.1.2 Validation de la matrice élastique par essai de flexion trois points

VII.1.2.1 Le maillage

La figure VII.1 illustre le maillage de l'essai de flexion trois points réalisé sous Abaqus. Pour des raisons de symétrie, uniquement la moitié de l'essai a été modélisée. Le modèle est réalisé à l'échelle mésoscopique (du pli) avec une éprouvette constituée de sept plis de 0,3mm d'épaisseur chacun et faisant 21mm de long sur 10,5mm de large. Ces dimensions sont prises de façon à respecter les facteurs de forme imposés par les normes pour la réalisation de l'essai de CIL (cf. chapitre III). Les deux appuis en acier de forme cylindrique et de rayon 5mm sont distants de 10mm. Le poinçon en acier et de forme cylindrique également a un rayon de 6mm. Pour les calculs, les conditions de contact sans frottements sont imposées entre l'éprouvette, les deux appuis et le poinçon.

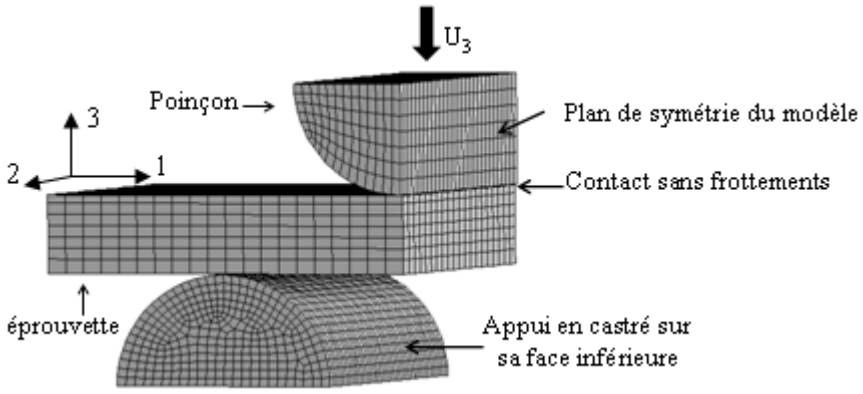


Figure VII. 1. Maillage de l'essai de flexion 3 points (CIL) et conditions aux limites.

Les éléments utilisés pour le maillage sont de type solide cubique à huit points de Gauss (C3D8). Comme conditions aux limites, en plus des conditions de contacts sans frottements, les faces inférieures des appuis sont encastrées, un déplacement vertical (U3) à 1mm/min est imposé sur la face supérieure du poinçon et des conditions de symétrie par rapport au plan (2,3) sont imposées sur les faces du plan de symétrie.

VII.1.2.2 Calculs et analyse

Le maillage réalisé sous le logiciel Abaqus est importé dans le code de calcul ZéBuLon pour les simulations. La loi de comportement élastique de l'équation (VII-1) de tous les plis de l'éprouvette est exprimée dans le repère (1, 2, 3) de la figure VII.1 puisque ces derniers ont tous la même orientation. Les résultats qui suivent seront également exprimés dans ce référentiel. Dans cette partie comme dans toutes les autres qui suivront, nous adopterons la convention selon la quelle la direction 3 est toujours perpendiculaire à l'épaisseur du pli. Les appuis et le poinçon quant à eux sont en acier, matériaux isotropes de 200GPa de module élastique et de coefficient de Poisson égal à 0,3.

La figure VII.2 illustre les résultats des calculs et leur comparaison aux essais expérimentaux de cisaillement interlaminaire réalisés au chapitre III. Sur l'image de gauche qui montre les isocontraintes σ_{11} dans la direction longitudinale de l'éprouvette, on obtient bien le résultat attendu, c'est-à-dire des

contraintes de compression au dessus de la fibre neutre et de traction en dessous. Cette image illustre également le trajet de l'éprouvette au cours du chargement et on peu voir que ce dernier est en accord avec l'expérience. Quant à l'image de droite qui représente la comparaison des courbes numériques et expérimentales de la force en fonction de la flèche, on constate que nous avons un excellent accord de la partie élastique. Le fait de modéliser le contact permet également de montrer que l'allure du tout début des courbes expérimentales est due à une mise en contact progressive entre l'éprouvette et le poinçon. Ces résultats nous permettent de valider de façon claire la matrice de comportement élastique orthotrope 3D du pli élémentaire de notre matériau dont les propriétés sont résumées au tableau VII.1. Ce comportement déjà utilisé au chapitre précédent (après cette validation bien sûr) pour des besoins d'identification du critère de délaminage sera également utilisé dans toute la suite.

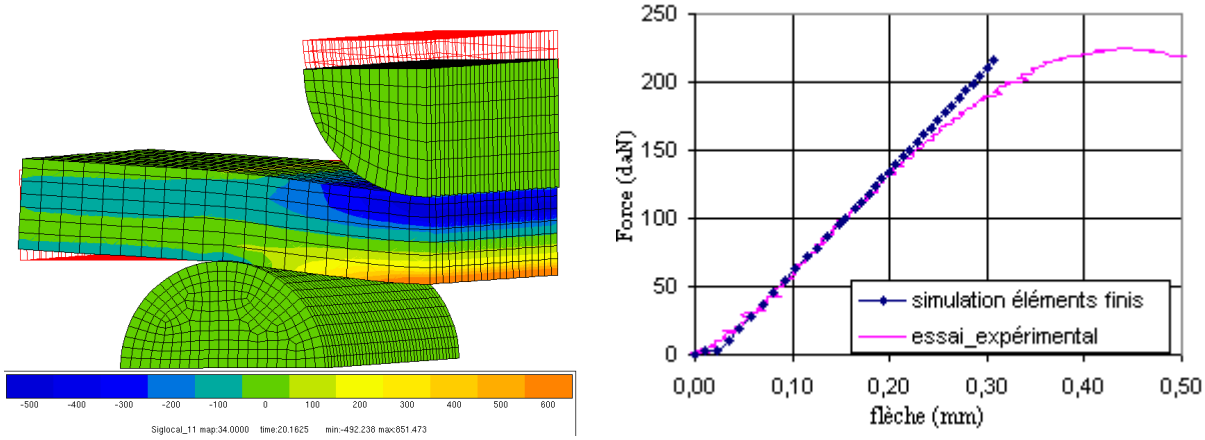


Figure VII. 2. Isocontraintes longitudinales locales σ_{11} (à gauche) et comparaison des courbes numérique et expérimentale force-flèche (à droite) ; la maille en rouge sur la figure de gauche représente la position initiale.

VII.2 Identification des critères de dégradation progressive de Hashin

Après la validation de la matrice élastique, le modèle de l'essai de flexion précédent nous a servi pour identifier notre critère de type Hashin. Comme nous l'avons déjà souligné, l'essai de flexion présente l'avantage de mettre en œuvre simultanément les principaux modes de sollicitation et est par conséquent un candidat de choix pour caler les critères phénoménologiques. L'introduction de ces critères dans les calculs est facilitée par le préprocesseur ZebFront du code de calcul ZéBuLon qui permet aux utilisateurs de développer et d'implémenter leur propre loi de comportement.

VII.2.1 Problèmes liés à l'introduction des critères de Hashin dans le calcul

Si nous revenons au chapitre VI précédent, le principe des critères de Hashin consistait à ramener à zéro soit les coefficients du tenseur des contraintes, soit ceux de la matrice de rigidité (ou de souplesse) des éléments du maillage pour lesquels le critère phénoménologique était atteint. Dans la réalité, une telle opération sur le plan numérique s'avère compliquée. D'une part, une chute brutale des coefficients de ces tenseurs ou matrices conduit à des instabilités de calculs qui du coup ont du mal à

converger. D'autre part, comme ces critères s'appuient sur les contraintes locales, il va de soi qu'on aura une certaine dépendance des résultats au maillage. Ainsi, l'idée dans cette partie est de trouver un taux de dégradation progressif des coefficients de la matrice de comportement après chaque incrément de déplacement, de façon à faire correspondre les courbes numérique et expérimentale de l'essai de flexion trois points. Cette notion de taux de dégradation progressif est également en accord avec la réalité physique des mécanismes de dégradation des composites à fibres continues. En effet, lors d'une rupture de fibres par exemple, la charge est transmise de façon progressive de la fibre rompue (élément endommagé) aux fibres voisines intactes (éléments non endommagés).

VII.2.2 Calculs et analyses

Les premiers calculs visaient dans un premier temps à déterminer le taux de dégradation progressif de la rigidité des éléments endommagés. Pour ces calculs, nous n'avons pas modélisé les contacts car nous nous sommes vite rendu compte que cela augmentait de façon considérable le temps de calcul. Le modèle simplifié utilisé est donc celui de la figure VII.3 où les deux appuis et le poinçon sont modélisés par des lignes de nœuds avec les conditions aux limites indiquées sur la figure. En guise de rappel, les critères permettant d'activer la dégradation progressive des différents coefficients de la matrice de rigidité de l'élément sont décrits et détaillés au tableau VI.6 du chapitre VI. Ainsi, en chaque point d'intégration d'un élément donné du maillage, une fois l'un des critères activé, les coefficients de la matrice de rigidité concernés par ce critère chutent d'un certain pourcentage/taux 'k' après chaque incrément jusqu'à s'annuler. L'algorithme de cette dégradation est résumé par la relation (VII-1) ci-dessous où Δt est le pas de temps, $Cij_{(t)}$ et $Cij_{(t+\Delta t)}$ les rigidités au instants t et $t+\Delta t$, et enfin k le taux/vitesse de dégradation. Il faut préciser que notre algorithme est local, c'est-à-dire qu'il s'applique aux points d'intégration indépendamment les uns des autres.

$$Cij_{(t+\Delta t)} = (1-k*\Delta t)\, Cij_{(t)} \qquad \text{(VII-1)}$$

Nous avons imposé des taux de chute 'k' allant de 90% à 5% et les résultats résumés à la figure VII.4 représentent uniquement les cas réalisés avec les taux 90%, 10% et 5% afin d'alléger le graphe.

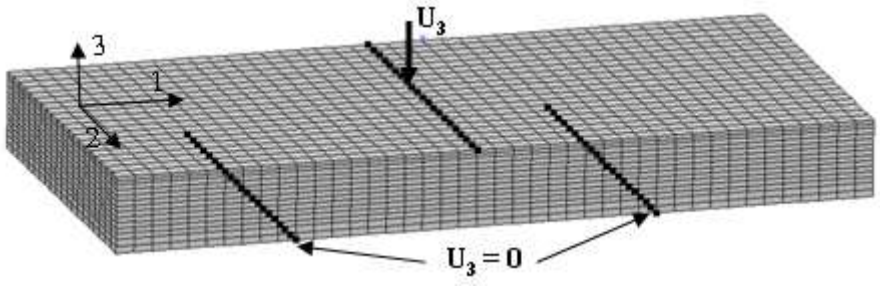


Figure VII. 3. Maillage simplifié de l'essai de flexion pour introduction des critères de Hashin.

Les résultats de la figure VII.4 montrent d'emblée que le fait de ne pas modéliser le contact n'a quasiment pas d'influence sur la qualité des corrélations calculs-essai. On remarque également que plus la vitesse de dégradation n'est élevée, plus la rupture macroscopique est précoce. Le taux de 5%

est celui qui nous parait le plus proche de la réalité et c'est ce dernier que nous adopterons pour la suite. Par ailleurs, on a une dépendance des calculs avec la taille des incréments. Cependant en prenant des pas suffisamment faibles (après une étude de convergence vis-à-vis de la taille des incréments), on s'affranchit quasi-totalement de cette dépendance. Ainsi, avec notre algorithme, même si on ne décrit pas toujours fidèlement ce qui se passe après l'atteinte du chargement maximal, on peut obtenir avec une bonne précision la charge à partir de laquelle les dommages microscopiques ont un impact sur le comportement macroscopique. Cette information est très importante pour le dimensionnement des structures et notre approche permet d'y accéder assez facilement. C'est là son avantage.

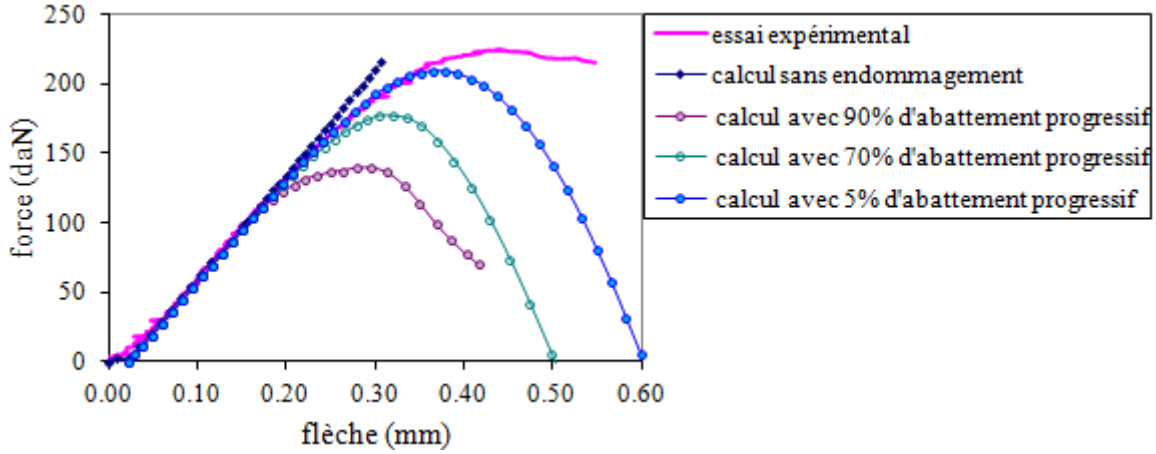


Figure VII. 4. Comparaison essais - calculs élastiques sans contact, avec endommagement par les critères de Hashin et avec des taux d'abattement k de 5%, 10% et 90% après chaque incrément.

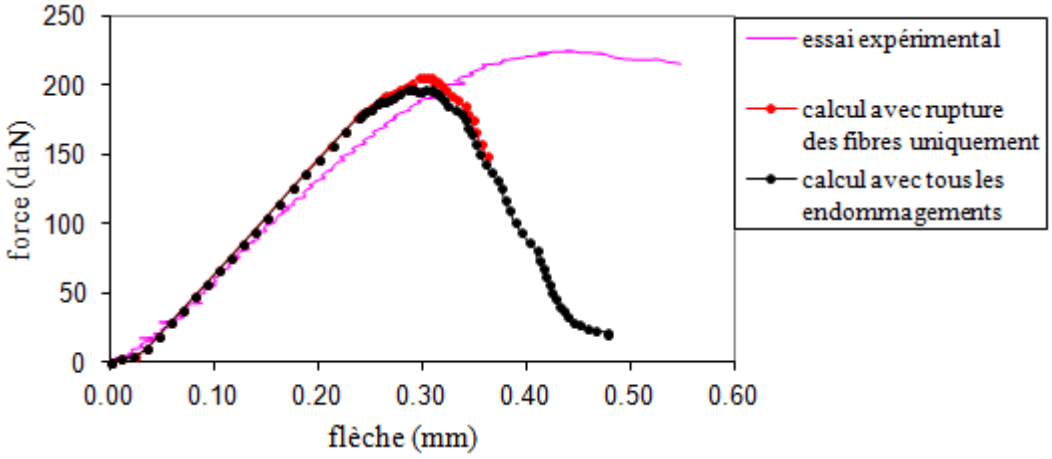


Figure VII. 5. Comparaison essai-calcul avec contact et endommagement par les critères de Hashin avec un taux k de 5%; en rouge, calculs avec rupture des fibres uniquement ; en noir, calculs avec tous les endommagements.

Avec le taux de dégradation progressif de 5% adopté, l'essai de flexion a été simulé à nouveau en y introduisant cette fois les appuis et le poinçon (figure VII.1). Dans un premier temps, le calcul s'est

réalisé en ne tenant compte que du critère de rupture des fibres. Ensuite, dans un second temps, on a tenu compte de tous les endommagements. Les résultats illustrés à la figure VII.5 nous montrent que finalement, la rupture des fibres reste le principal dommage responsable de l'affaiblissement de l'éprouvette en flexion. Ainsi, pour des raisons de temps de calculs, il n'est peut être pas toujours utile selon le cas, mais juste ceux ayant une influence notable sur la tenue mécanique. On peut également noter sur cette même figure une légère rigidification du comportement avec l'introduction des appuis et du poinçon dans le modèle. En effet, le fait d'introduire les appuis et le poinçon modifie légèrement les distances entre la ligne de chargement et les appuis, d'où la légère rigidification observée. Nous avons d'ailleurs vérifié cela en diminuant légèrement la distance entre appuis du modèle réduit de la figure VII.3 et nous avons obtenu un résultat similaire à celui de la figure VII.5.

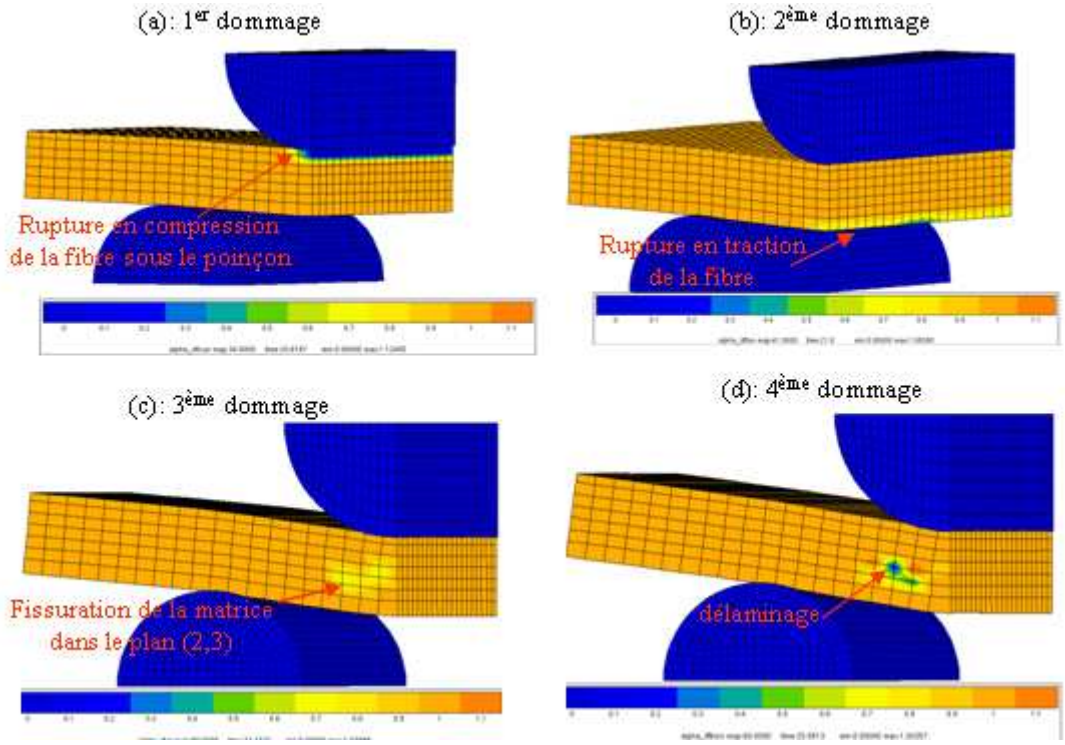


Figure VII. 6. Ordre chronologique des endommagements dans l'éprouvette sollicitée en flexion 3 points mis en évidence par les critères de Hashin.

Un avantage important des critères phénoménologiques tels que celui qu'on vient d'identifier est la possibilité de pouvoir déterminer l'ordre chronologique des différents endommagements se produisant au sein du matériau (ou de la pièce) à l'échelle microscopique. La figure VII.6 illustre le cas de notre éprouvette sollicitée en flexion trois points. On peut constater que les ruptures de fibres en compression puis en traction sont les deux premiers dommages à se produire. Le délaminage quant à lui n'apparait qu'en fin de processus au niveau de la fibre neutre et précède la rupture macroscopique finale. Cela nous conforte une fois de plus dans l'idée selon laquelle ce défaut (le délaminage) peut s'avérer être un excellent indicateur pour des dimensionnements un peu moins conservatifs que ceux

appliqués aujourd'hui aux structures composites. Dans la suite, ces critères de Hashin désormais entièrement identifiés seront implémentés sur les éprouvettes trouées utilisées pour valider le critère de délaminage. Cela permettra d'évaluer leur pertinence sur des cas de structures complexes comportant des zones de concentrations de contraintes (ou surcontraintes) telles que les trous.

VII.3 Validation du critère de délaminage

Pour valider notre critère de délaminage identifié au chapitre VI, nous avons choisi dans un premier temps de le faire sur un cas simple d'éprouvette lisse, mais avec une séquence d'empilement différente de celles utilisées lors de l'identification. Ensuite, nous avons appliqué ce critère à des éprouvettes trouées afin de le confronter à des cas de singularités de contraintes. L'étape ultime consistait à l'appliquer à des structures industrielles, ce que nous avons fait dans le dernier chapitre de cette thèse consacré aux applications concrètes.

VII.3.1 Validation sur éprouvette lisse (non trouée)

Les éprouvettes lisses utilisées pour cette validation sont de séquence $[-20/+10_2/-50_2]s$. Ces dernières ont été préparées exactement de la même manière que celles utilisées pour l'identification du critère. La validation se fera en deux étapes : dans un premier temps, un modèle éléments finis de l'éprouvette sollicitée en traction nous permettra de prédire grâce au critère les interfaces susceptibles de délaminer, ainsi que la charge/contrainte à laquelle s'initiera/propagera ce délaminage. Ensuite, l'essai de traction sera réalisé sur l'éprouvette munie des moyens d'observation (caméra, émission acoustique) adaptés pour vérifier les prédictions faites grâce aux calculs par éléments finis.

VII.3.1.1 Prédiction du délaminage par calculs éléments finis

La procédure de calcul a été décrite en détail au chapitre précédent et le lecteur peut s'y référer pour plus d'éclaircissement. Le même maillage que celui de l'éprouvette décrit à la figure VI.19 (cf. chapitre VI) a été utilisé. Comme conditions aux limites, une contrainte nominale de traction en bout d'éprouvette avec un pas de 10 MPa est appliquée. Après chaque incrément, les contraintes antiplanes moyennes sont évaluées le long de la ligne de nœud aux interfaces et les critères donnés par les équations (VI-23) ou (VI-24) sont calculés selon qu'on ait ou pas une contrainte normale de compression aux interfaces. A cet effet, le profil des contraintes antiplanes dans l'épaisseur en bord libre de l'éprouvette illustré à la figure VII.7 nous montre que les interfaces -20/+10 et +10/+10 sont sollicitées en cisaillement dans le plan et en traction dans l'épaisseur. Par conséquent, le critère ne tiendra pas compte des frottements (k) dans leurs cas. Par contre on en tiendra compte pour l'interface +10/-50 sollicité en cisaillement et compression normale. Enfin, l'interface -50/-50 ne devrait pas délaminer car on y est en compression normale pure et la contrainte à rupture de l'interface dans ce mode de sollicitation est très élevée. L'évolution de la valeur du critère aux différentes interfaces en fonction de la contrainte nominale de traction appliquée en bout d'éprouvette est également illustrée à la figure VII.7.

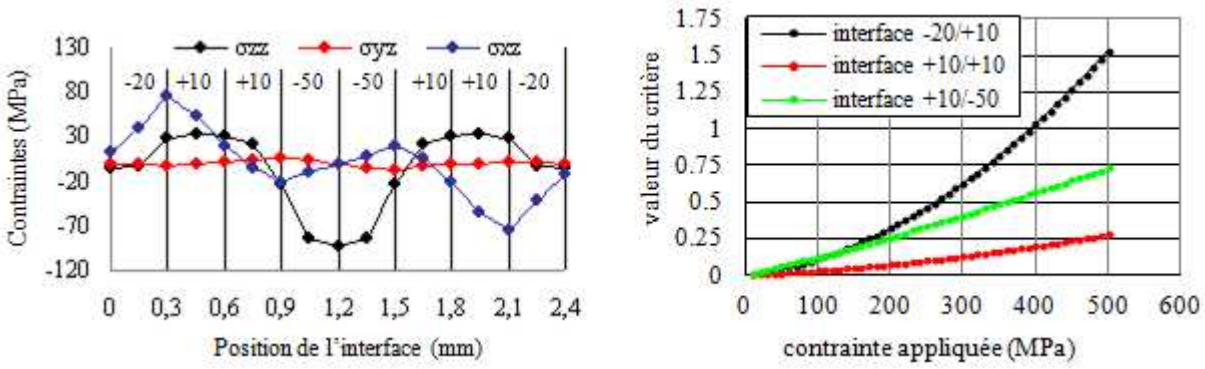


Figure VII. 7. Profil des contraintes antiplanes (à 500 MPa de contrainte appliquée) dans l'épaisseur au bord libre de l'éprouvette (à gauche) et évolution du critère en fonction de la contrainte de traction imposée (à droite).

L'analyse de l'image montrant l'évolution du critère en fonction de la contrainte appliquée permet de conclure que l'interface -20°/+10° sera la première à délaminer et cela pour une contrainte nominale de traction d'environ 400 MPa. Ensuite suivra l'interface +10°/-50° qui délaminera autour de 600 MPa. Quant à l'interface +10°/+10°, une extrapolation du critère permet de constater qu'elle ne délaminera pas avant la rupture de l'éprouvette. Il reste maintenant à comparer ces prédictions aux essais expérimentaux.

VII.3.1.2 Comparaison calculs-essais et analyses

L'essai de traction est réalisé suivant la procédure indiquée au chapitre VI. L'éprouvette fait 2,28mm d'épaisseur et 20mm de large. La figure VII.8 représente l'état de la microstructure exactement à 400 MPa (soit 1800 daN) de contrainte nominale, ainsi que le spectre d'émission acoustique représentant le nombre cumulé de signaux caractérisés par une durée et une énergie élevées en fonction de la contrainte nominale appliquée.

La microstructure du matériau de la figure VII.8 montre clairement que le délaminage se produit en premier à l'interface -20°/+10°, avec ces traces blanches continues et bien appuyées qui comme nous l'avons mentionné au chapitre précédent représentent en réalité du vide. De plus on peut noter que certaines mèches transverses à la direction de sollicitation présentent chacune deux à trois fissures bien ouvertes, ce qui indique que la phase de propagation instable du délaminage est toute proche. Cet état de la microstructure est en bon accord avec ce à quoi on pouvait s'attendre.

En ce qui concerne le spectre des émissions acoustiques, on constate un début d'instabilité (propagation brutale) à environ 480 MPa, c'est-à-dire environ 20% supérieure à la valeur prédite par le critère. Nous pensons que cette différence entre la prédiction du critère et les données de l'émission acoustique provient de la grande difficulté de déterminer avec exactitude le moment exact de la fin de la phase d'initiation et le début de la phase de propagation. Cependant, les résultats nous montrent que notre critère est tout de même en mesure de prédire un état d'endommagement très avancé de la microstructure qui est propice à la rupture finale du matériau. Avec ces données de l'émission acoustique, nous constatons aussi que notre critère est assez conservatif. Cependant, il est encore

mieux pour la sécurité d'avoir un critère qui sous-estime les capacités des matériaux plutôt que de les surestimer.

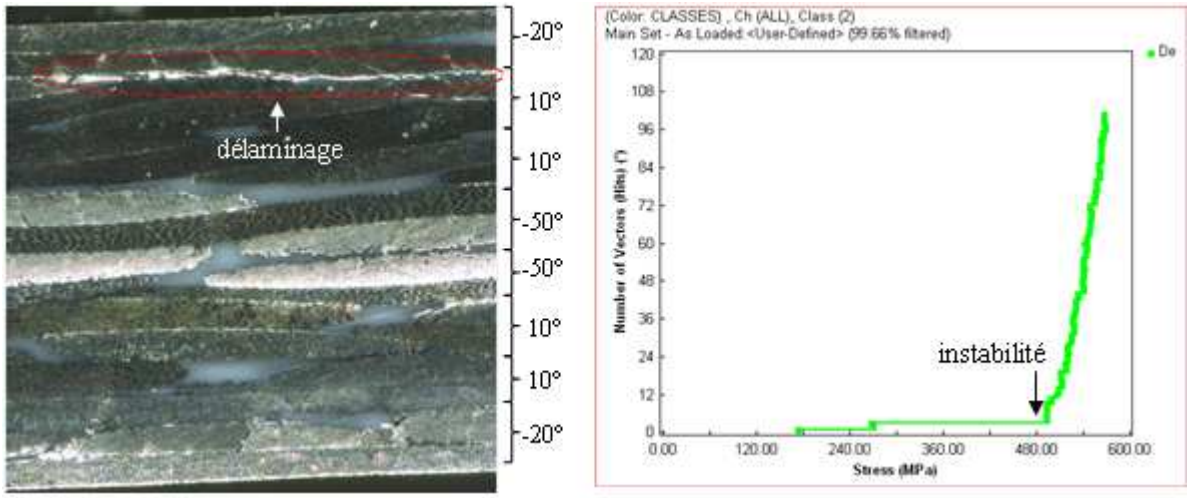


Figure VII. 8. Microstructure à 400 MPa de contrainte de traction (à gauche) et nombre cumulé de signaux de forte énergie et de longue durée en fonction de la contrainte appliquée (à droite) du stratifié $[-20°/+10°_2/-50°_2]s$

VII.3.2 Validation sur éprouvettes trouées

VII.3.2.1 Prédiction du délaminage par calculs

La seconde étape de la validation porte sur une éprouvette de séquence $[0/+20_2/-20_2]s$, de 45mm de largeur, percée d'un trou de 13mm de diamètre et de 2,40mm d'épaisseur (soit huit plis de 0,3mm). La figure VII.9 illustre le quart du maillage réalisé. Contrairement aux métaux dont l'isotropie permet de ne modéliser que le quart des éprouvettes trouées, on est obligé avec les composites à fibres continues d'effectuer les calculs sur la totalité de l'éprouvette trouée à cause de la dissymétrie des plis orientés. Pour l'application du critère de délaminage, le voisinage immédiat du trou est maillé plus finement avec des éléments solides cubiques à huit points de Gauss (C3D8). Ce maillage est réalisé avec un pas 50µm (soit le sixième de l'épaisseur du pli) dans les directions x et y du plan des plis. Dans l'épaisseur (direction z), nous avons limité à deux le nombre d'éléments par pli afin d'alléger la taille du maillage. Même si augmenter la finesse du maillage dans l'épaisseur améliorerait la qualité des résultats au niveau des interfaces entre les plis ([Bassery, 2011], [Pongsak, 2007]), mailler trop finement dans l'épaisseur des plis conduirait à des calculs en 3D trop lourds et irréalistes pour les structures qui sont assez épaisses. Le fait de se limiter à deux éléments par pli dans l'épaisseur permet de rester dans des tailles de maillage plus raisonnables même si on perd un peu en précision.

Avant l'application concrète du critère, deux choses sont à vérifier : la première consiste à s'assurer que les zones de concentration de contraintes au voisinage du trou et au bord libre de l'éprouvette ne se recouvrent pas. On peut remarquer sur le tracé des contraintes antiplanes le long d'une ligne de nœuds allant du bord droit du trou au bord libre (figure VII.9 (c)) que ces deux zones ne se recouvrent pas. Cela n'est pas une surprise dans la mesure où on montre que [ASM Handbook, vol 21] pour un

rapport diamètre du trou sur largeur de l'éprouvette de l'ordre de 0,3 (comme c'est le cas pour notre éprouvette), les concentrations de contraintes sont contenues dans un rayon autour du trou d'environ 1/3 de la largeur de l'éprouvette.

La seconde chose à vérifier ou à déterminer est la direction radiale dans laquelle sera appliqué le critère. Cette direction correspondra en effet à l'endroit du bord du trou où on aura la plus forte concentration des contraintes antiplanes. De façon générale, pour une éprouvette trouée sollicitée en traction, les concentrations de contraintes sont maximales au coin droit du trou ([ASM Handbook, vol 21], [Walter & Deborah Pilkey, 2008]). Pour le vérifier, on peut tracer le profil des contraintes antiplanes (puisque c'est le délaminage qui nous intéresse) le long d'une ligne (circulaire) de nœuds du bord libre du trou en fonction de l'angle α (figure VII.9 (b)). On peut constater d'après ce profil que les concentrations de contraintes antiplanes sont maximales dans un angle de 10° autour du coin droit (α = 90°) du trou. On note également que ces concentrations semblent aussi très élevées à 45° du coin droit. Ainsi, nous appliquerons le critère le long des lignes du coin droit du trou et aussi le long des lignes à 45° (α = 45°) de ce dernier.

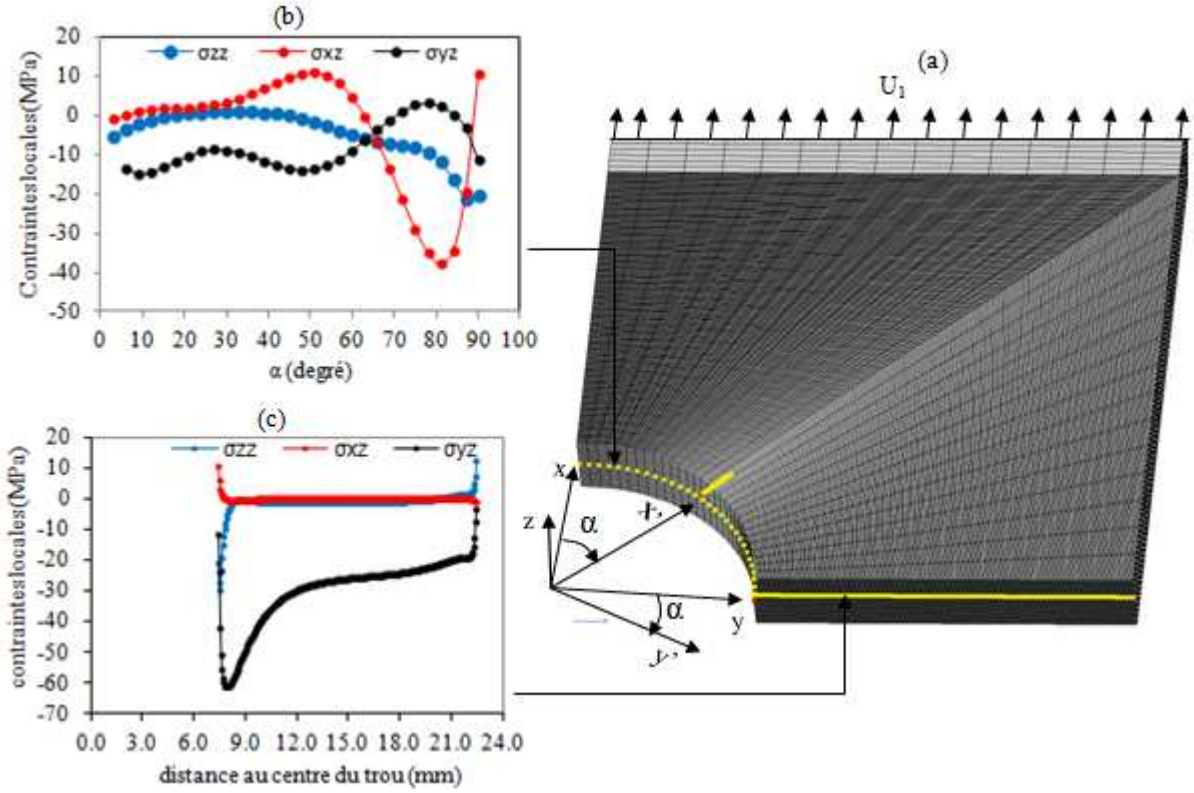


Figure VII. 9. (a) Maillage de l'éprouvette troué pour validation du critère de délaminage ; profils des contraintes antiplanes au bord libre du trou (b) et au coin droit (c) ; (x,y,z) est le repère global du stratifié ; (x',y', z'=z) est le repère lié à une ligne de nœuds d'interface faisant un angle α quelconque avec l'axe x.

Pour ce qui est maintenant de l'application concrète du critère, nous procédons exactement de la même manière que pour l'éprouvette lisse. Cependant, dans le cas d'une éprouvette trouée, une

dernière précaution doit être prise. En effet, le critère établi au chapitre VI suppose que la direction suivant laquelle on souhaite appliquer le critère est perpendiculaire au bord libre et parallèle à l'une des deux directions du repère dans le plan des plis. Ainsi, si le critère doit être appliqué le long d'une ligne partant du bord du trou et faisant un angle α avec la direction x (figure VII.9), alors il faut effectuer une rotation d'angle α autour de l'axe z du champ de contrainte exprimé dans le repère global (x,y,z) du stratifié. Cela est nécessaire afin de se placer dans un repère tel que l'une de ses directions dans le plan des plis est parallèle à la ligne de nœuds. On montre que [Berthelot, 2005] pour une rotation d'angle α autour de l'axe z, le champ de contrainte dans le nouveau repère (x', y', z'=z) est donné par l'équation (VII-3) :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{x'x'} \\ \sigma_{y'y'} \\ \sigma_{z'z'} \\ \sigma_{y'z'} \\ \sigma_{x'z'} \\ \sigma_{x'y'} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 0 & 0 & 0 & 2\cdot c\cdot s \\ s^2 & c^2 & 0 & 0 & 0 & -2\cdot c\cdot s \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c & -s & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s & c & 0 \\ -s\cdot c & s\cdot c & 0 & 0 & 0 & c^2-s^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{Bmatrix} \quad \text{avec } c = \cos\alpha \text{ et } s = \sin\alpha \qquad \text{(VII-3)}$$

Le critère de délaminage donné par les équations (VI-23) et (VI-24) (cf. chapitre VI) peut alors être appliqué le long de la ligne d'angle α, en remplaçant les contraintes antiplanes σ_{zz}, σ_{xz} et σ_{yz} respectivement par les contraintes $\sigma_{z'z'}$, $\sigma_{x'z'}$ et $\sigma_{y'z'}$ dont les expressions en fonction des contraintes σ_{zz}, σ_{xz} et σ_{yz} exprimés dans le repère global du stratifié sont déduites de la relation (VII-3). L'application du critère aux différentes interfaces et à deux angles α (α = 90° et α = 42°) permet d'obtenir les résultats de la figure VII.10. Y est représentée l'évolution de la valeur du critère aux différentes interfaces en fonction de la contrainte nette appliquée.

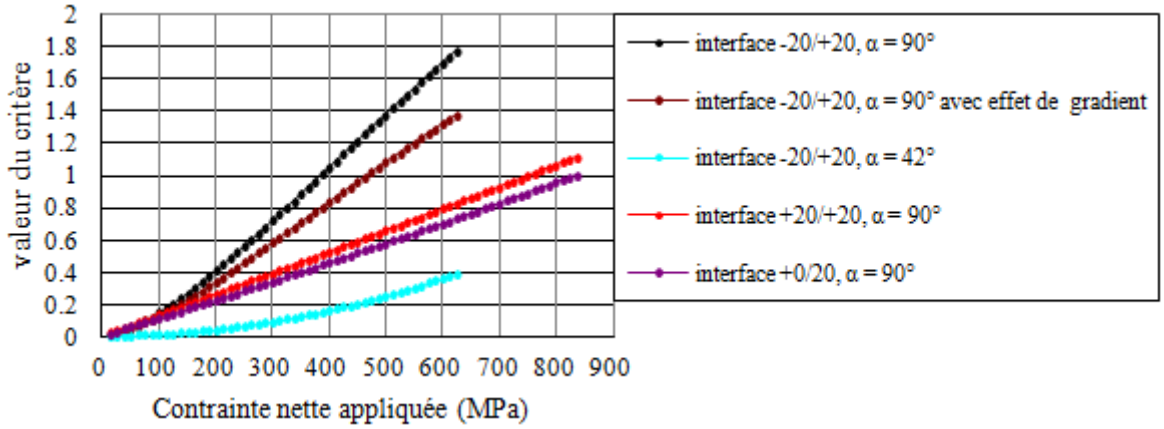


Figure VII. 10. Evolution du critère aux interfaces et au voisinage du trou du stratifié $[0/+20_2/-20_2]_s$ percé d'un trou de 13mm de diamètre et sollicité en traction.

L'analyse des résultats de la figure VII.10 permet d'arriver à la conclusion que le délaminage interviendra à l'interface +20/-20 comme dans le cas de la même éprouvette non trouée (cf. chapitre

VI). Ces résultats suggèrent aussi que ce délaminage se produira au niveau du coin droit du trou pour une contrainte nette de 390MPa lorsque le critère est appliqué sans tenir compte des effets de gradient, et pour environ 450 MPa lorsqu'on en tient compte. Quant aux autres interfaces, l'évolution du critère prévoit des délaminages au delà des 700 MPa, ce qui est au dessus des capacités du matériau qui cassera bien avant. Il est maintenant question de vérifier expérimentalement ces prédictions.

VII.3.2.2 Comparaison aux résultats expérimentaux et analyses

Pour vérifier expérimentalement les prédictions, nous disposons des moyens d'observations habituelles, à savoir une caméra in situ et l'émission acoustique. Le dispositif expérimental reste sur le même principe que celui utilisé au chapitre VI lors de l'identification du critère. Cependant, il reste à résoudre le problème lié à l'observation in situ de la surface circulaire du trou qui pour la cause a été préalablement polie. Pour contourner ce problème, un dispositif spécial a été utilisé. Il est constitué d'un miroir rotatif orienté à 45° par rapport à l'axe du trou sur lequel se reflète l'image du bord libre de ce dernier. La caméra quant à elle filme l'image reflétée sur le miroir dont les rotations permettent de faire un balayage à 360° du trou. Le dispositif est représenté à la figure VII.11. L'essai est piloté en force à une vitesse de 2,25 daN/s comme lors de l'identification du critère (cf. chapitre VI).

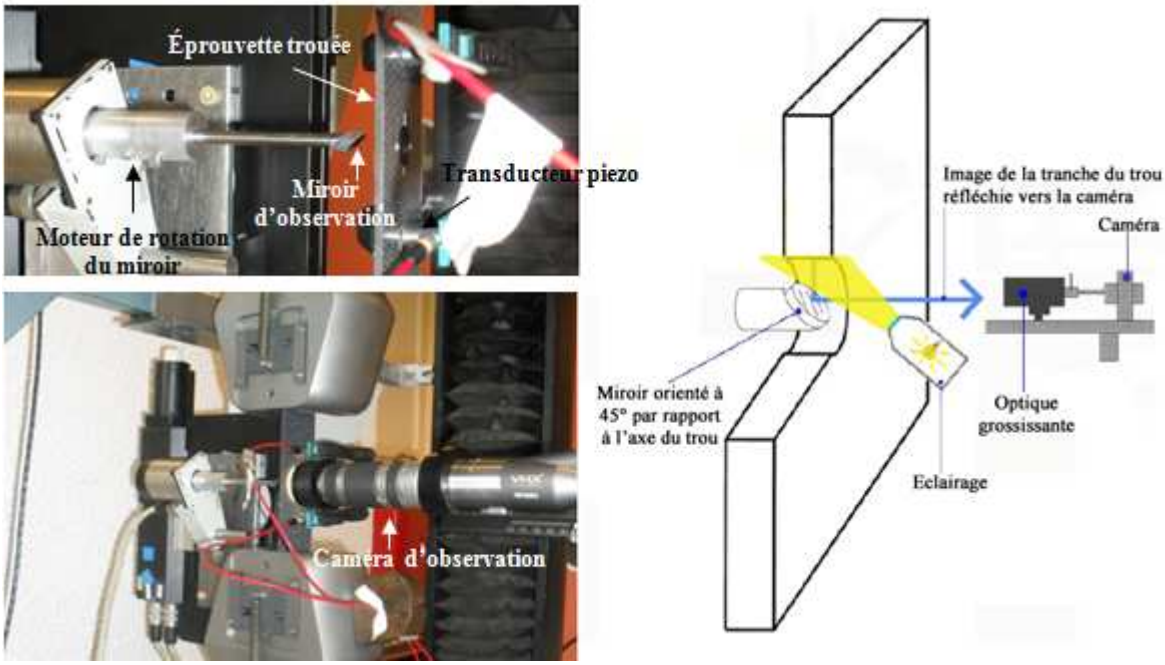


Figure VII. 11. Dispositif expérimental pour l'étude du délaminage des éprouvettes trouées en traction (à droite) et schéma explicatif simplifié (à gauche).

Deux éprouvettes ont été testées : la première sans système d'acquisition acoustique jusqu'à une contrainte nette appliquée de 390 MPa. L'objectif était de vérifier uniquement l'état de la microstructure correspondant à cette valeur prédite par les calculs (cf. figure VII.10). La seconde éprouvette quant à elle a été testée avec le dispositif au complet et suivant des cycles successifs de

charge-décharge-observation à différents paliers de charges jusqu'à la rupture. Le but cette fois étant d'une part d'établir une éventuelle corrélation entre l'état de la microstructure de l'éprouvette et les émissions acoustiques enregistrées, et d'autre part d'étudier les mécanismes conduisant à sa rupture finale.

Les résultats obtenus sur la première éprouvette sont résumés à la figure VII.12 et montrent la microstructure du coin droit du trou (coin du trou correspondant à un angle α de 90° sur la figure VII.9) avant toute sollicitation et après traction à 390 MPa de contrainte nette. L'image après sollicitation a été prise à plus fort grossissement afin de bien faire ressortir l'état de la microstructure. On peut remarquer que celle-ci présente toutes les caractéristiques propices à la propagation du délaminage, à savoir des mèches transverses des plis 0° et 20° présentant de multiples fissures béantes. Une microstructure similaire avait été observée sur les bords libres des éprouvettes lisses (au chapitre VI) juste avant le délaminage et la rupture. Les délaminages aux interfaces (traces blanches bien appuyées qui sont en réalité du vide) n'apparaissent pas très bien dans le cas de notre éprouvette trouée à cause des conditions d'observation. En effet, le fait que le miroir soit incliné à 45° ne permet pas de saisir ces détails (qui sont pourtant présents) comme dans le cas des éprouvettes lisses où la caméra était bien en face de la tranche. Les résultats de cette première éprouvette nous montrent finalement que le critère est tout à fait apte à la prédiction de l'initiation/propagation du délaminage ou du moins à la prédiction d'un état très dégradé de la microstructure.

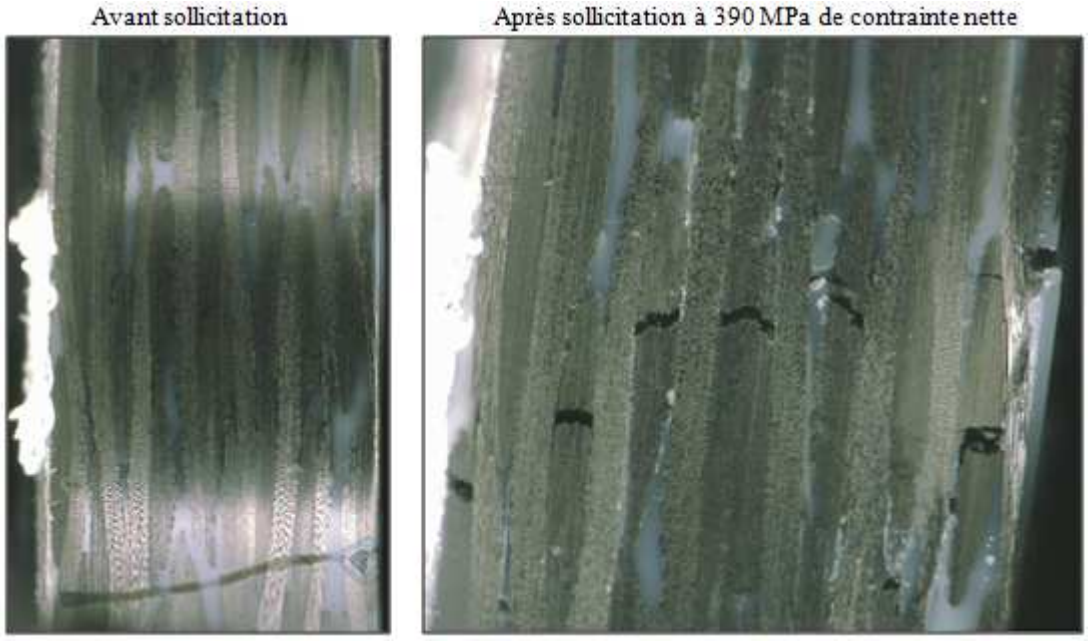


Figure VII. 12. Microstructure du coin droit du trou de la première éprouvette $[0/+20_2/-20_2]s$ trouée avant et après sollicitation à 390 MPa de contrainte nette (soit 270 MPa de contrainte nominale).

Les résultats obtenus sur la seconde éprouvette sont représentés sur les figures VII.13 et VII.14. Elles (les figures) illustrent respectivement l'évolution de la microstructure du coin droit du trou en

fonction de la contrainte nominale appliquée et les spectres d'émission acoustique. Pour ce qui est de l'évolution microstructurale, on retrouve quasiment les mêmes étapes que lors de l'identification sur les éprouvettes lisses. La seule différence est que la fissuration transverse des mèches des plis à 0° intervient un peu plus tôt dans ce cas, à environ 35% de la contrainte nominale à rupture contre un peu plus de 40% dans le cas des éprouvettes lisses. Cela n'est pas une surprise puisqu'on a des surcontraintes en bordure des trous. Comme dans le cas de la première éprouvette, il est très difficile de voir les délaminages à cause de l'inclinaison du miroir. Cependant, les images nous montrent sans ambigüité qu'on se dirige progressivement vers un état de saturation en fissures transverses illustrée à la figure VII.12 et qui précède les étapes de propagation du délaminage et de rupture finale.

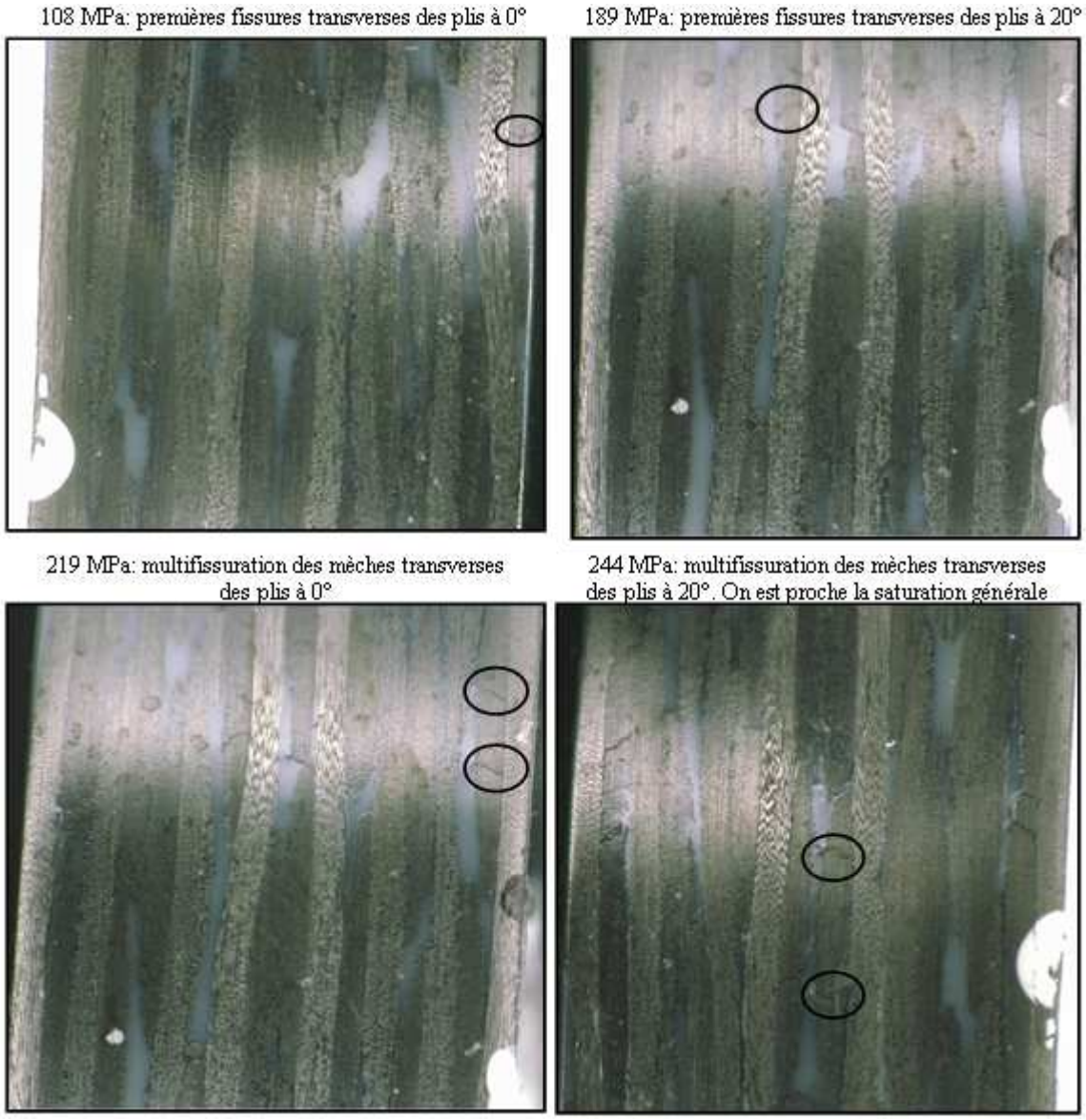


Figure VII. 13. Etat de la microstructure au niveau du coin droit du trou de la deuxième éprouvette à différents paliers de la contrainte nominale appliquée.

En ce qui concerne les résultats de l'émission acoustique résumés sur la figure VII.14, nous choisissons l'énergie cumulée des signaux comme observable pour détecter l'amorçage du délaminage comme dans le cas des éprouvettes lisses. Sur l'image de gauche représentant le nombre cumulé de signaux en fonction de leur position, on constate que l'activité acoustique est localisée à équidistance des deux transducteurs piezo, c'est-à-dire au niveau de la section nette du trou. Ce spectre nous confirme déjà que le trou et sa bordure sont bien les zones les plus critiques de l'éprouvette. Sur le spectre de droite représentant l'énergie cumulée des émissions en fonction de la charge, on constate un saut d'énergie à 2400daN (24000N) et une instabilité à partir de 2800daN. On peut donc dire qu'à 2400daN nous avons les premiers amorçages de délaminage et qu'à 2800daN débute la propagation. En faisant le rapprochement avec les images des microstructures, 2400daN (soit 224MPa de contrainte nominale ou 316MPa de contrainte nette) correspond bien à l'état de saturation en fissures de la figure VII.13 qui précède l'amorce du délaminage et 2800daN (soit 261MPa de contrainte nominale ou 368MPa de contrainte nette) est bien en adéquation avec la microstructure de la figure VII.12 où on constate clairement que le délaminage a sans doute commencé à se propager vu l'ouverture des fissures. Par ailleurs, on peut aussi remarquer que la phase d'amorçage est plutôt très courte par rapport à une éprouvette lisse où on avait plusieurs sauts d'énergie intermédiaires avant l'instabilité/propagation. Cela se justifie aussi logiquement par le fait que le trou concentre encore plus les contraintes que les bords plan de l'éprouvette, d'où une plus grande précipitation dans l'enchainement des mécanismes. Ces données de l'émission acoustique nous permettent de valider encore une fois la fiabilité de notre critère.

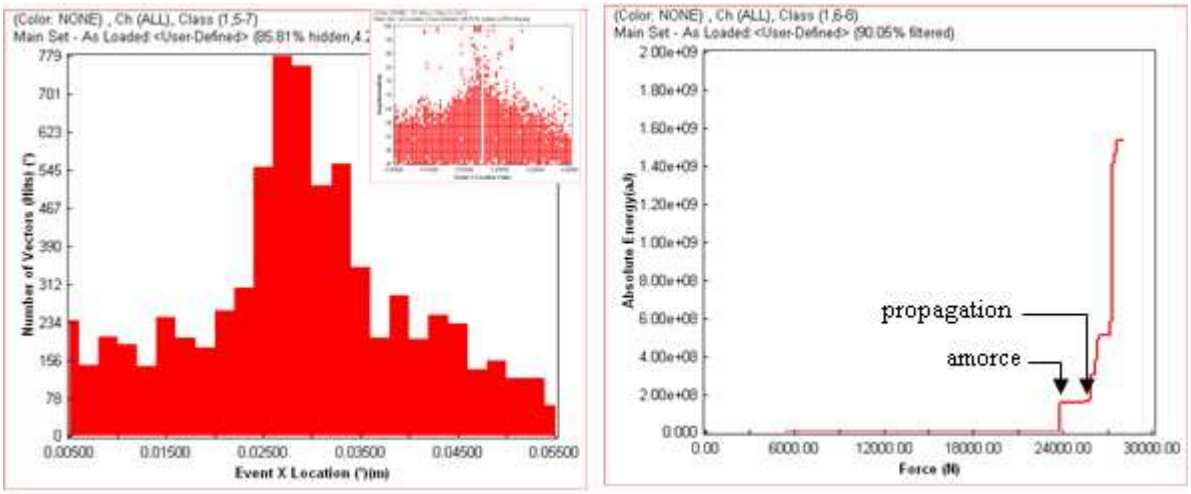


Figure VII. 14. Spectres d'émission acoustique du stratifié [0/+202/-202]s troué et sollicité en traction à une vitesses de 2,25daN/s ; à gauche le nombre cumulé d'évènements en fonction de la position ; à droite énergie cumulée des évènement en fonction de la charge appliquée.

VII.4 Validation des critères de Hashin sur les éprouvettes trouées

Les éprouvettes trouées utilisées pour la validation du délaminage nous ont permis de faire d'une pierre deux coups en y introduisant les critères de Hashin dont le dernier paramètre a été calé grâce à

la modélisation de l'essai de flexion effectuée en début de ce chapitre. Ces éprouvettes trouées présentent l'avantage que les concentrations de contraintes au voisinage des trous vont permettre de confronter ces critères de Hashin à des cas plus complexes. Les mêmes calculs que ceux effectués sur les éprouvettes trouées pour la validation du délaminage ont été réalisés, cette fois ci en y introduisant les critères de Hashin dans leur forme la plus complète c'est-à-dire en prenant en compte tous les dommages. L'objectif de cette opération étant juste de déterminer la charge à partir de laquelle on a un impact des endommagements microscopiques sur le comportement macroscopique de l'éprouvette. Pour les calculs, nous conservons le taux de 5% de dégradation progressive des coefficients de la matrice de rigidité après chaque incrément une fois que l'endommagement des éléments est activé. On aurait pu prendre un taux de 90% qui correspond à la réalité d'un comportement élastique fragile mais, les calculs auraient eu trop de mal à converger à cause de la chute trop brutale. Ainsi, en prenant un taux de 5%, on assure une convergence rapide. Pour ce qui est du chargement de l'éprouvette, la simulation est pilotée en déplacement et non en force comme pour les essais expérimentaux. En effet, nous avons constaté qu'à force imposée, les calculs ont beaucoup trop de mal à converger. Une rampe de 0,025 mm/min est imposée et la charge est déduite. Cette dernière permet de calculer la contrainte nominale simulée en bout d'éprouvette et de la comparer à la contrainte nominale expérimentale. Par ailleurs, le fait de prendre une rampe de déplacement aussi lente (donc des incréments de force très petits) permet d'une part de se rapprocher de l'essai expérimental qui est lui-même très lent, et d'autre de déterminer avec plus de précision la fin du comportement macroscopique non affecté par l'endommagement. Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures VII.15 et VII.16 pour ce qui est de la description des étapes conduisant à la rupture finale du stratifié, et sur la figures VII.17 pour ce qui est de la comparaison des contraintes nominales obtenues par calcul et par essais.

L'analyse de la figure VII.15 permet de constater que comme dans le cas de l'essai de flexion, les critères de Hashin permettent d'établir une chronologie assez réaliste du processus qui conduit à la rupture du stratifié troué et qui est en accord avec les observations expérimentales de la figure VII.13. La première étape de ce processus est la rupture transverse de la matrice des plis à 0° (plis de surface) qui n'intervient pas au coin droit du trou mais à environ 10° de ce dernier. Vient ensuite la rupture des fibres au niveau du coin droit dans les mêmes plis. Ces deux premières observations sont plutôt logiques puisque les plis à 0° sont ceux qui supportent la majeure partie de la charge. Lorsque le chargement se poursuit, on assiste à la fissuration transverse de la matrice dans les plis orientés à ±20° ($3^{ème}$ étape), suivie du début de rupture des fibres dans ces mêmes plis ($4^{ème}$ étapes). Ces deux étapes traduisent le fait que les plis orientés à ±20° ne pouvant plus transmettre intégralement leur charge aux plis à 0° à cause des interfaces entres plis qui commencent à être défectueuses, commencent à souffrir sérieusement avec dans un premier temps la rupture transverse de leur matrice, suivie de la rupture de leurs fibres. Cela est d'autant plus vrai que la $5^{ème}$ étape qui suit marque le début/initiation du délaminage aux interfaces +20/-20 comme prévu et qui va ensuite se propager ($6^{ème}$ étape) des bords du trou vers les bords externes de l'éprouvette. Si on observe attentivement l'image de la $6^{ème}$ étape, on peut constater que les plis du centre (pli à orientés à -20°) semblent se désolidariser des autres avec une sorte de dénivellation vers l'intérieur. Cela est encore plus visible sur la figure VII.16 représentant les isovaleurs du critère de rupture des fibres de chaine, où un zoom sur le coin droit du trou permet de

se rendre compte en 3D du délaminage qui s'est produit. On peut voir que ce délaminage s'est produit aux interfaces +20/-20 comme cela avait été prédit par le critère. Tout ceci prouve une fois de plus la pertinence des critères de Hashin pour l'étude des mécanismes d'endommagement.

Par ailleurs, il est intéressant de constater qu'avec ces critères de Hashin couplés à un algorithme de dégradation progressive des propriétés mécaniques, on peut finalement faire de la mécanique de la rupture de façon indirecte. En effet, le trajet d'un endommagement depuis son initiation peut être assimilé à celui d'une fissure virtuelle qui se propagerait dans le matériau. Si on considère le cas du délaminage par exemple, on peut suivre sa progression aux interfaces grâce au critère qui lui est associé, exactement comme dans le cas d'un modèle de mécanique de la rupture où il aurait été décrit physiquement par une fissure. L'avantage de notre méthode est que le fait de ne pas exclure l'élément endommagé du maillage permet de conserver la compatibilité du milieu et d'éviter les remaillages comme c'est le cas en mécanique de la rupture. Tay et al [Tay *et al*, 2004] ont utilisé une approche similaire à la notre mais basée sur l'algorithme EFM (Element Failure Method) proposé par Beissel [Beissel *et al*, 1998] pour simuler avec succès la progression du délaminage dans les composites UD graphite/époxy. L'algorithme EFM de Beissel est construit sur le même principe que notre algorithme de dégradation progressive de la matrice de rigidité des éléments endommagés. La différence entre son approche et la notre réside dans le fait qu'il ramène plutôt à zéro les forces aux nœuds des éléments endommagés. Cependant, comme nous, il conserve les éléments endommagés dans le maillage. Ces approches appliquées au calcul des structures peuvent finalement s'avérer très efficaces car elles prennent en compte aussi bien l'ensemble des mécanismes intervenant au cours de la dégradation de la structure que les interactions entre ces derniers.

D'un point de vue quantitatif maintenant, la seule valeur qui nous intéresse (pour rappel) est la charge à partir de laquelle le comportement macroscopique du stratifié est affecté par les endommagements microscopiques. La figure VII.17 situe cette charge à environ 250MPa de contrainte nominale. Cette valeur n'est finalement pas très éloignée des résistances nominales expérimentales des deux éprouvettes testées et qui valaient 264MPa et 290MPa. Ce résultat obtenu par calcul est cohérent puisque la valeur trouvée est bien antérieure à la rupture finale expérimentale. On peut à juste titre dire que cette méthode est plutôt très intéressante pour se faire une idée rapide sur les capacités de la structure à supporter une charge sans être macroscopiquement affectée.

Par ailleurs, il faut tout de même garder à l'esprit que ces critères s'appuyant sur les contraintes locales restent dépendants du maillage et une bonne étude de convergence au sens du maillage est nécessaire avant de les appliquer. De plus, lorsqu'on couple ces critères à un algorithme de dégradation du comportement mécanique des éléments comme nous l'avons fait, il est nécessaire d'avoir des incréments très faibles si on veut détecter avec une bonne précision la charge supportable par la structure sans qu'on ait un impact sur son comportement macroscopique. Une autre limite des critères de Hashin est qu'ils sont valides uniquement pour des calculs dans le domaine élastique. Cela est certes une restriction mais, ces critères couvrent quand même la grande majorité des calculs de pièces composites. En effet, l'orientation privilégiée des renforts dans les structures est celle de la sollicitation maximale. Ainsi, le comportement mécanique utilisé pour les calculs de dimensionnement

des pièces composites est élastique dans l'écrasante majorité des cas, car dicté par celui des renforts (les fibres).

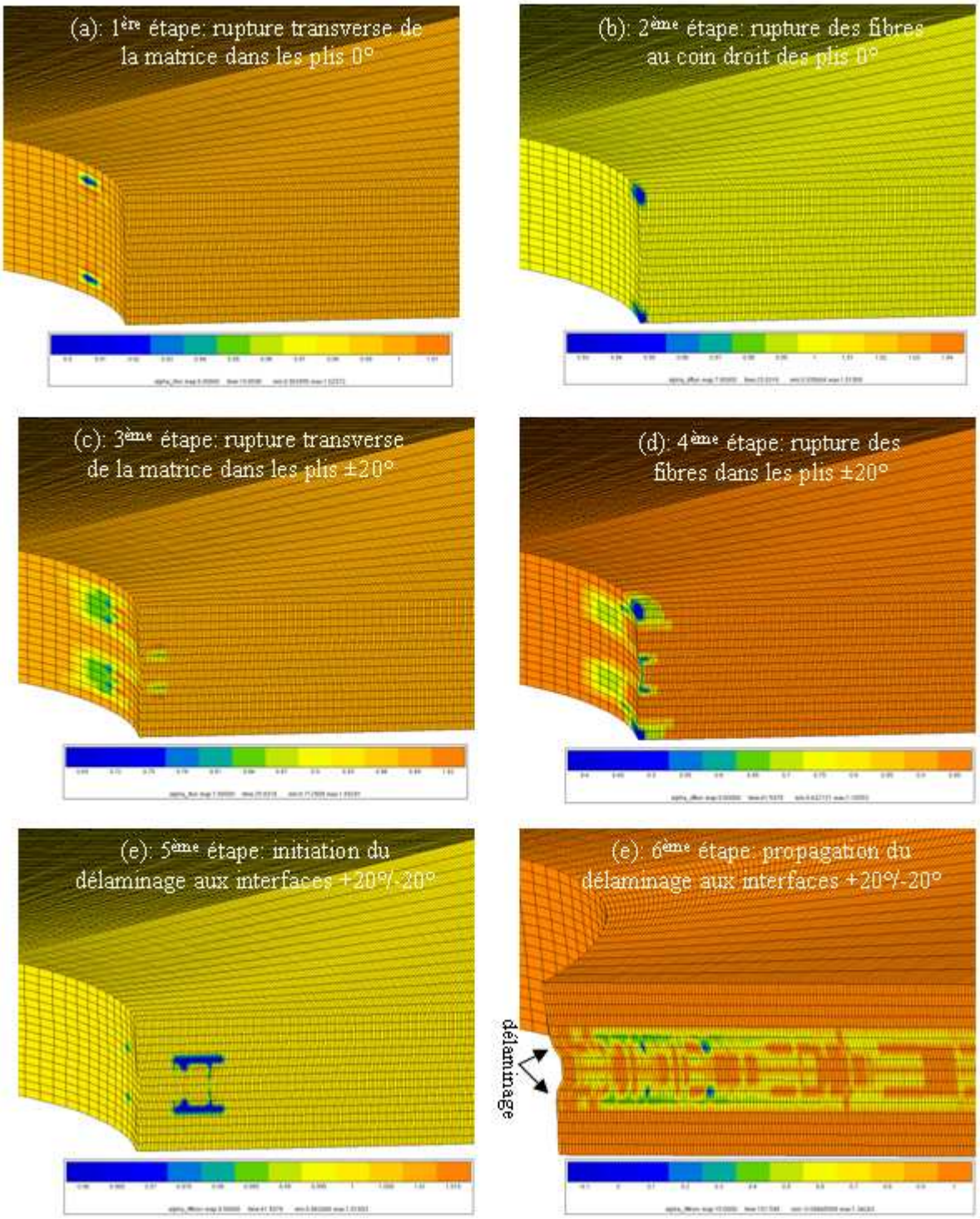


Figure VII. 15. Prédiction par les critère de Hashin de la Chronologie du processus d'endommagement et de rupture du stratifié $[0/+20_2/-20_2]s$ percé d'un trou de 13mm de diamètre et sollicité en traction.

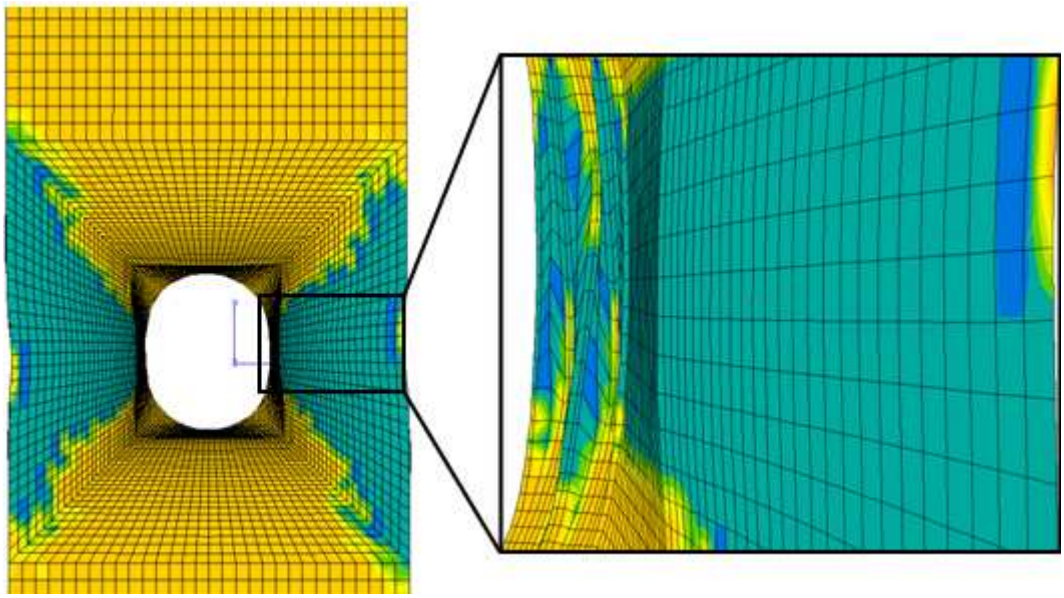


Figure VII. 16. Isovaleurs du critère de rupture des fibres de chaine de l'éprouvette trouée et aspect de la surface libre du trou au niveau du coin droit.

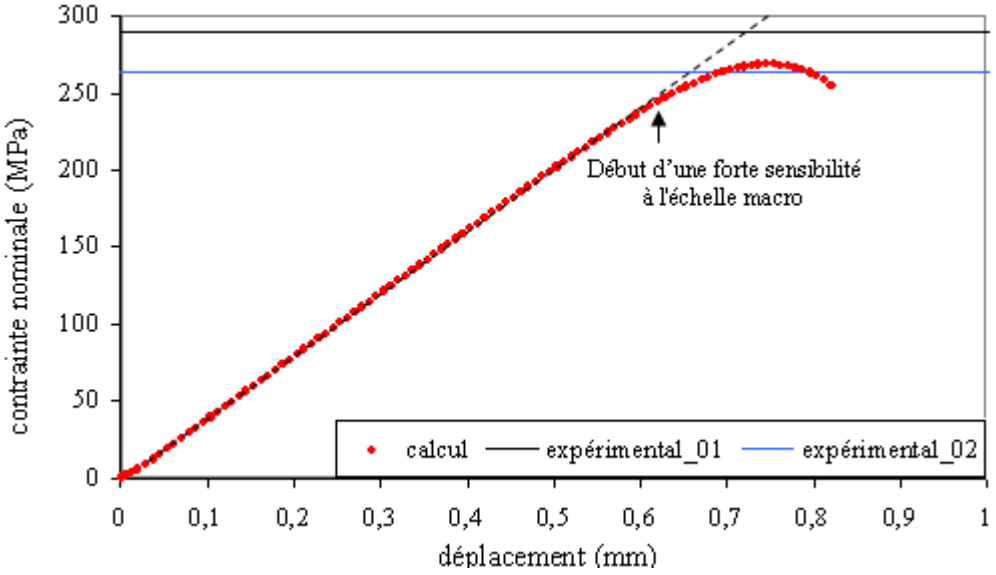


Figure VII. 17. Détermination de la contrainte nominale à partir de laquelle le comportement macroscopique de l'éprouvette trouée est affecté par l'accumulation des endommagements intervenant à l'échelle microscopique ; les deux traits horizontaux représentent les résistances nominales des deux éprouvettes expérimentales.

VII.5 Conclusion

Au terme de ce chapitre, nous pouvons dire que le comportement élastique orthotrope 3D de notre matériau modèle a été validé avec une bonne corrélation entre les essais expérimentaux de flexion et

leur modélisation par éléments finis. Ensuite, l'application des critères de Hashin au modèle numérique de cet essai de flexion a permis d'aboutir à la conclusion qu'un taux de dégradation progressif des propriétés mécaniques des éléments endommagés était nécessaire. Ce taux progressif permet d'une part d'éviter les instabilités des calculs dues à une chute trop brutale des propriétés élastiques, et d'autre part de coller à une certaine réalité physique qui veut que l'élément endommagé ne casse pas de façon brutale mais transfert sa charge progressivement aux éléments voisins. Nous aboutissons à un taux optimum de 5% d'abattement des coefficients de la matrice de comportement après chaque incrément dès lors que l'endommagement est activé. L'application du critère de Hashin aux éprouvettes trouées a permis non seulement de faciliter l'étude des mécanismes conduisant à la ruine finale du stratifié, mais aussi de constater leur efficacité dans la prédiction du moment où le stratifié commence à ressentir à l'échelle macroscopique les effets des endommagements microscopiques. Ces critères d'une grande simplicité pourraient très bien être un outil assez efficace pour une première phase de dimensionnement des structures.

Enfin, quant aux critères de délaminage, les résultats montrent clairement que les paramètres identifiés sont valides avec une marge de précision acceptable. Même s'il demeure très difficile de séparer les phases d'initiation et de propagation du délaminage, le critère permet dans tous les cas de prédire un état très endommagé de la microstructure, ce qui pourrait également s'avérer très utile pour le dimensionnement des pièces. La prochaine étape consiste maintenant à appliquer ces critères à des structures industrielles, ce qui est fait dans le dernier chapitre de cette thèse consacré aux applications concrètes.

Bibliographie

[ASM Handbook, vol 21]: Macromechanics analysis of Laminate Properties. Composites ASM Handbook, vol 21, p. 207-229.

[Bassery, 2011] : Josserand Bassey. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011

[Beissel *et al*, 1998]: S. R. Beissel *et al*. "An element-failure algorithm for dynamic crack propagation in general directions". Engineering Fracture Mechnanics 61, pp. 407-425, 1998.

[Berthelot, 2005]: J. M. Berthelot. Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005.

[Daggumati *et al*, 2010]: S. Daggumati *et al*. "Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension: part II – Meso-FE modeling". Composites Science and Technology, vol. 70, pp. 1934 -1941.

[Pongsak, 2007]: N. PONGSAK. Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composites épais. Thèse de doctorat en Sciences et Génie des matériaux de l'école nationale supérieure des mines de Paris, Octobre 2007.

[Tay *et al*, 2004]: T. E. Tay *et al*. "Damage progression by the element-failure method (EFM) and strain invariant failure theory (SIFT)". Composites Science and Technology 65, pp. 935-944, 2004.

[Walter & Deborah Pilkey, 2008]: W. D. Pilkey, Deborah Pilkey. Stress concentration factors. Peterson's, third edition, 2008.

Chapitre VIII :
Etude multiéchelle du comportement mécanique des composites tissés satin 5 : Exemple du Carbone/PEEK.

RESUME : *Ce chapitre porte sur la modélisation multiéchelle des composites tissés satin de 5 et plus particulièrement sur le cas du carbone/PEEK. L'objectif est de pouvoir prédire à partir des calculs d'homogénéisation sur un élément de volume représentatif (VER), le comportement mécanique macroscopique du matériau sain, le type et la localisation des différents endommagements se produisant dans le matériau.*

Les résultats montrent une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux et démontrent clairement le rôle joué par l'ondulation des mèches dans l'abattement des propriétés mécaniques (résistances et modules en traction) des tissus par rapport aux UD. On trouve par exemple un coefficient de surdéformation/concentration (rapport entre la déformation macroscopique appliquée et la déformation maximale locale) d'environ 3 au niveau de ces ondulations. On peut remarquer que cette valeur correspond au rapport qui existe entre les propriétés mécaniques des UD et des satins 5 (cf. chapitre III). L'introduction d'un critère de Hoffmann dans le VER nous montre par ailleurs que la fissuration des mèches transverses serait le premier défaut à se manifester. Enfin, Les VER à deux plis mettent en évidence l'influence des paramètres procédés tels que l'empilement en phase ou hors phase des plis sur les propriétés mécaniques, notamment avec une plus grande souplesse du matériau lors des empilements en phase des plis et une rigidification accrue pour les empilements en opposition de phase.

VIII.1 Introduction 185
VIII.2 Modélisation du VER satin de 5 186
VIII.2.1 La géométrie 186
VIII.2.2 Le maillage 187
VIII.3 Homogénéisation du matériau sain 188
VIII.3.1 Le principe de l'homogénéisation et les conditions aux limites. 188
VIII.3.2 Mise en place des calculs 190
VIII.3.3 Résultats et analyses 192
VIII.3.4 Influence de l'empilement des couches 195
VIII.3.4.1 Le VER à deux plis 195
VIII.3.4.2 Calculs et analyses 195
VIII.4 Localisation des endommagements dans le matériau 196
VIII.4.1 Les critères d'endommagement 196
VIII.4.2 Résultats et analyses 197
VIII.5 Conclusion 199

VIII.1 Introduction

Dès qu'il faut réaliser des structures massives ou complexes en matériaux composites comme les raccords, les renforts textiles s'imposent grâce à leur meilleure drapabilité. Ces renforts présentent de nombreux d'autres avantages comparés aux unidirectionnels (UD), tels qu'une meilleure résistance au délaminage du fait de la discontinuité des interfaces interplis, une meilleure tolérance à l'endommagement grâce au tissage des fibres, une épaisseur plus régulière grâce au maintien latéral des fibres, et enfin de meilleures rigidité et résistance dans la direction transverse. Cependant les renforts tissés présentent aussi des inconvénients et non des moindres comme les rigidités et résistances diminuées dans le plan des tissus (effets d'embuvage et des ondulations), des fractions volumiques de fibres réduites dans le composite, le gauchissement des structures minces et leur grande complexité. Cette complexité s'exprime en termes de couts élevés liés au tissage mais aussi en termes d'étude de leur architecture et de leurs mécanismes d'endommagement qui sont beaucoup plus complexes que dans le cas des UD, rendant très difficile les modélisations. Or la modélisation du comportement mécanique de ces matériaux est un outil indispensable pour non seulement prédire le comportement réel des structures, mais aussi pour comprendre les mécanismes d'endommagement et leur impact sur les propriétés afin d'accroitre l'indice de confiance en ces matériaux qui sont relativement nouveaux par rapport aux métaux.

Concernant les modélisations du comportement mécanique des composites à renforts textiles et plus particulièrement les tissus 2D, les modèles micromécaniques analytiques ont été suffisamment développés. On est parti du modèle de l'analogie à un stratifié [0°/90°] proposé par Halpin [Berthelot, 2005] qui considère le pli élémentaire du tissu comme un empilement de deux plis UD. Ensuite, Ishikawa et Chou [Ishikawa et Chou, 1982a] ont proposé un modèle un peu plus élaboré dit mosaïque, qui tient compte des enchevêtrements des mèches mais ne prend pas en compte leurs ondulations, créant ainsi des discontinuités de mèches au niveau des croisements. Ishikawa et Chou toujours eux [Ishikawa et Chou, 1982b] vont ensuite améliorer cette approche et proposer un modèle dit ondulation 1D, prenant en compte les ondulations des mèches qui apparaissent désormais comme continues. Cependant, leur modèle se limitait juste à une dimension d'où le qualificatif 1D. Enfin, Shembekar et Naik [Shembekar et Naik, 1992a ; 1992b] vont généraliser le modèle 1D en intégrant les propriétés sur les deux dimensions du plan du tissu. Tous ces modèles permettent de prédire assez bien les propriétés mécaniques des composites tissés avec une meilleure précision pour les modèles ondulation 1D et 2D généralisés [Shembekar et Naik, 1992a ; 1992b], [Dal Maso et Mézière, 1998]. Cependant tous ces modèles analytiques présentent des limites. Premièrement ils sont lourds à mettre en œuvre et il est quasiment impossible de modéliser des endommagements. Avec les progrès considérables réalisés en informatique notamment avec des calculateurs de plus en plus performants, des méthodes numériques vont prendre le pas sur ces modèles analytiques.

Les méthodes numériques ou plus communément les méthodes d'homogénéisation du comportement des composites tissés sont sans conteste les plus avantageuses dans la mesure où elles s'affranchissent des lourds développements théoriques des méthodes analytiques et permettent en plus

des études irréalisables analytiquement. Même si nombre d'auteurs ont utilisé avec succès ces méthodes dans le cas des composites tissés ([Pongsak et Renard, 2010], [Zeman et Sejnoha, 2004], [Hongzhou *et al*, 2012], [Daggumati *et al*, 2010], [GRAIL *et al*, 2011]), il n'en demeure pas moins qu'elles restent peu accessibles car elles sont assez fastidieuses à mettre en œuvre, elles demandent des calculateurs de très fortes capacités et ne sont pas encore suffisamment automatisées dans les codes de calcul commerciaux. Par ailleurs la plupart des auteurs se sont intéressés aux cas des taffetas et sergé et très peu aux satins et particulièrement les satins de 5, même si finalement la philosophie de calcul reste la même pour tous ces matériaux.

Ainsi, notre travail a pour objectif de contribuer à la valorisation de ces méthodes d'homogénéisation dans le cas des satins en proposant une étude multiéchelle sur un satin de 5 carbone/PEEK équilibré sens chaine et trame. Etude multi échelle parce que l'homogénéisation se fait à deux échelles au minimum. A l'échelle microscopique entre la matrice et la fibre pour trouver le comportement de la mèche, et à l'échelle mésoscopique entre la mèche et la matrice pour en déduire le comportement du tissu. Nous montrerons qu'il est possible grâce à ce modèle de prédire numériquement le comportement mécanique du matériau sain, de mieux expliquer l'influence sur le comportement mécanique de l'ondulation des mèches et de certains paramètres procédé comme la façon d'empiler les plis (en phase ou hors phase).

VIII.2 Modélisation du VER satin de 5

La modélisation de ce VER se fait selon deux étapes essentielles, à savoir la géométrie des constituants et des différentes entités au sein de la cellule pour ensuite passer au maillage.

VIII.2.1 La géométrie

Avant de passer au dessin proprement dit de la cellule élémentaire, il faut définir le motif. Notre matériau étant un tissu satin de 5 équilibré, il présente l'avantage d'avoir une mésostructure périodique ce qui nous facilite le choix du motif élémentaire, indiqué sur la figure VIII.1.

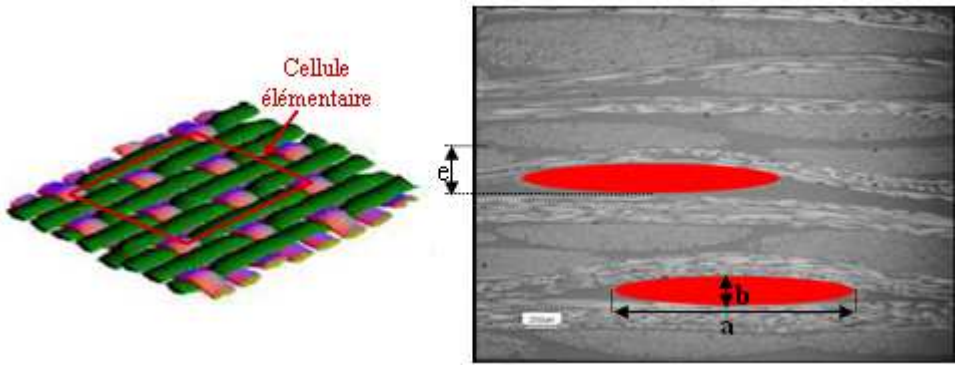


Figure VIII. 1. Définition de la cellule élémentaire et des paramètres utiles à sa modélisation géométrique : exemple du Carbone/PEEK satin de 5

Dès lors ce motif élémentaire défini, il faut déterminer les paramètres géométriques indispensables a son dessin, tels que la taille des mèches, la densité linéaire des mèches de chaine et de trame (ou le nombre de mèches par unité de longueur dans les deux directions ou encore la distance moyenne entre deux mèches de chaine et de trame) et l'épaisseur du pli. Comme le montre la figure VIII.1 toujours, les mèches sont assimilables à des ellipses de grand axe **a** et de petit axe **b** dont les valeurs sont mesurées par analyse d'image et moyennées sur une cinquantaine de mèches. Le satin étant équilibré, la densité linéaire des mèches dt est la même dans les directions chaine et trame et vaut 7/cm (données fournisseur). L'épaisseur moyenne 'e' des plis mesurée sur le matériau moulé vaut environ 0.30mm. Ces va leurs sont résumées au tableau VIII.1.

Paramètres → / valeurs ↓	a (mm)	b (mm)	e (mm)	dt (mèches/cm)	densité (tex)
mesurées	1,54	0.16	0,31	7	200
finales retenues	1,54	0.12	0,34	6,25	200

Tableau VIII.1. Paramètres géométriques nécessaires à la modélisation géométrique de la cellule élémentaire.

Ces paramètres géométriques ainsi qu'un choix de motif (satin de 5 équilibré) sont rentrés dans le logiciel commercial Wisetex qui donne en sortie une géométrie de mèches entrelacées. De part l'expérience de la littérature, un maillage ne sera possible sur la géométrie obtenue que s'il n'y a pas de contact entre les mèches afin de pouvoir y insérer la matrice. Des ajustements sont donc nécessaires pour respecter cette condition de non contact entre les mèches, ce qui nous conduit aux paramètres finaux après ajustement donnés au tableau VIII.1. Cette géométrie des mèches est ensuite exportée sur un autre logiciel commercial (Abaqus) pour maillage. Il faut noter qu'il est possible d'obtenir un maillage automatique de la cellule sur Wisetex. Cependant, ce dernier est très lourd (car la taille de notre motif est assez grande) et nécessitera des calculs en parallèle assez long à mettre en œuvre. L'avantage d'exporter la geométrie vers Abaqus pour la mailler est de pouvoir contrôler la taille du maillage.

VIII.2.2 Le maillage

Cette étape est la plus délicate et complexe car elle nécessite beaucoup de manipulations dont nous ne donnerons ici que les grandes lignes.

En effet, nous recevons de Wisetex juste la géométrie des mèches que nous maillons et dont il va falloir combler les interstices avec la matrice pour former la cellule complète. Une autre précaution très importante doit être prise au moment du maillage afin de prendre en compte la périodicité de la microstructure. Cela revient à s'assurer que deux faces opposées dans une direction de périodicité doivent avoir tous leurs nœuds correspondants deux à deux. Ainsi, si on translate un nœud de la première face d'une distance égale au vecteur période, on doit tomber exactement sur un nœud de l'autre face. Dans notre cas, nous avons tenu compte de la périodicité dans les trois directions, bien que cette dernière ne soit pas tout à fait vraie dans la direction de l'épaisseur. Nous avons également

opté pour des éléments solides tétraédriques et linéaires à quatre points d'intégration (C3D4), seule possibilité qu'offrait le code de calcul Abaqus pour combler les interstices entre les mèches avec de la matrice. Nous arrivons finalement à un maillage de cellule résumé à la figure VIII.2, de taille raisonnable pour un calcul séquentiel.

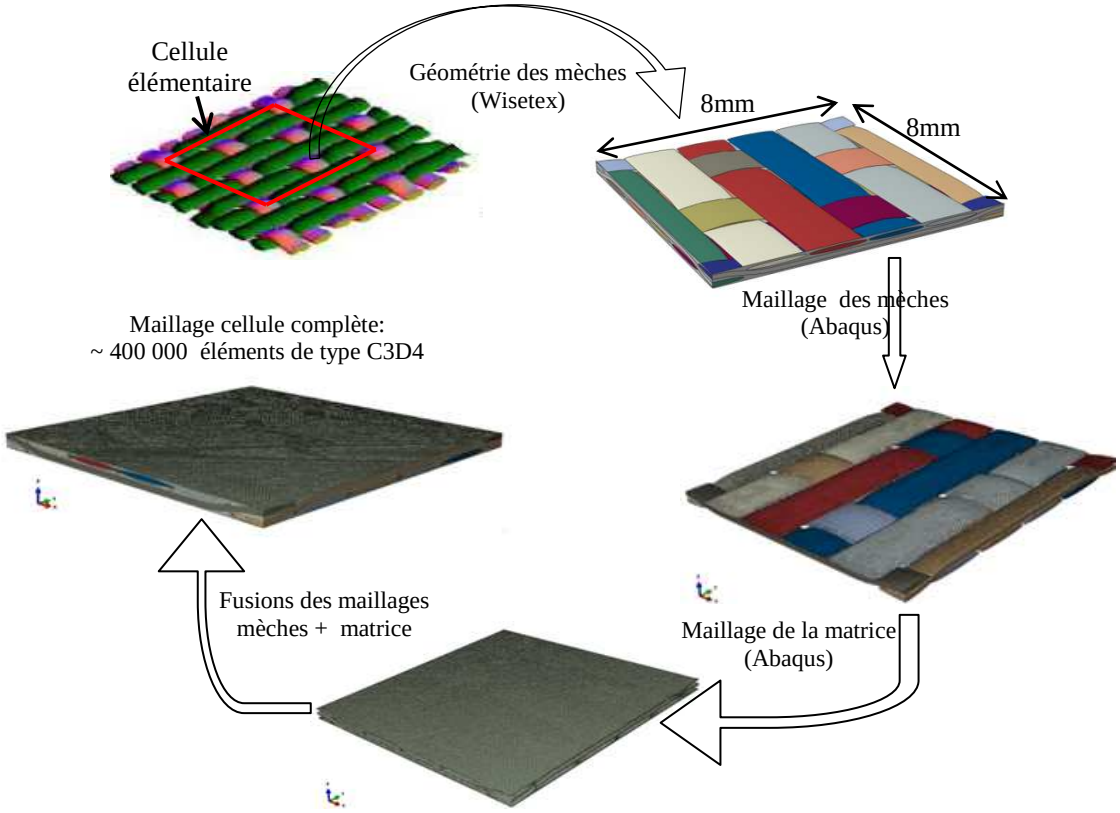


Figure VIII. 2. Les différentes étapes du maillage de la cellule élémentaire

VIII.3 Homogénéisation du matériau sain

VIII.3.1 Le principe de l'homogénéisation et les conditions aux limites.

Lorsqu'on fait des essais mécaniques, les propriétés mesurées sont des valeurs moyennées (et non locales) sur un volume dit volume de jauge, suffisamment loin des mors (des zones d'amarrage) et où l'on suppose que l'on a des champs de contrainte et de déformation homogènes. Les calculs numériques d'homogénéisation obéissent à ce principe et consistent à appliquer un champ de déformation ou de contrainte homogène (macroscopique) à la cellule élémentaire et à en déduire les propriétés moyennes/effectives sur cet élément de volume représentatif du matériau. En effet, si on applique un chargement à un matériau, la relation entre la contrainte et la déformation en tout point est donnée par la loi de Hooke dont la forme locale généralisée s'écrit :

$$\underset{\sim}{\sigma} = \underline{\underline{c}} : \underset{\sim}{\varepsilon} \quad \text{ou} \quad \underset{\sim}{\varepsilon} = \underline{\underline{s}} : \underset{\sim}{\sigma} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{s}} = \underline{\underline{c}}^{-1} \tag{VIII-1}$$

$\underline{\underline{c}}$ et $\underline{\underline{s}}$ sont respectivement des tenseurs d'ordre 4 de rigidité et de souplesse

Pour déterminer les propriétés élastiques effectives du matériau, le principe de l'homogénéisation comme évoqué plus haut consistera à imposer au VER un champ de contrainte ou de déformation homogène , à mesurer la déformation ou la contrainte homogène et en déduire le tenseur effectif des rigidités ou des souplesses qui nous permettront de remonter aux propriétés élastiques du matériau. La relation (VIII-1) devient alors

$$\underset{\sim}{\Sigma} = \underline{\underline{C}} : \underset{\sim}{\mathrm{E}} \quad \text{ou} \quad \underset{\sim}{\mathrm{E}} = \underline{\underline{S}} : \underset{\sim}{\Sigma} \quad \text{avec} \tag{VIII-2}$$

$$\underset{\sim}{\Sigma} = <\underset{\sim}{\sigma}> = \frac{1}{V}\int_V \underset{\sim}{\sigma}\, dv \quad \text{la contrainte macroscopique du VER de volume V} \tag{VIII-3}$$

$$\underset{\sim}{\mathrm{E}} = <\underset{\sim}{\varepsilon}> = \frac{1}{V}\int_V \underset{\sim}{\varepsilon}\, dv \quad \text{la déformation macroscopique du VER de volume V} \tag{VIII-4}$$

$\underline{\underline{C}}$ et $\underline{\underline{S}}$ les tenseurs effectifs des rigidités et des souplesses.

Lorsque l'on regarde de plus près la relation (VIII-2), on constate que si on applique une déformation macroscopique valant l'unité ($\underset{\sim}{\mathrm{E}} = \underset{\sim}{\mathrm{I}}$), alors la contrainte macroscopique mesurée sera directement égale au tenseur effectif des rigidités (c'est-à-dire $\underset{\sim}{\Sigma} = \underline{\underline{C}} : \underset{\sim}{\mathrm{I}}$). De même, si $\underset{\sim}{\Sigma} = \underset{\sim}{\mathrm{I}}$ alors on aura $\underset{\sim}{\mathrm{E}} = \underline{\underline{S}} : \underset{\sim}{\mathrm{I}}$. Ainsi, l'application de contraintes et déformations macroscopiques de valeur unité simplifie beaucoup les calculs.

Dans la pratique, déterminer le tenseur effectif de rigidité ou de souplesse de notre VER revient à résoudre 6 problèmes. En effet, si on utilise la notation de Voigt, la relation (VIII-2) s'écrit encore

$$\begin{bmatrix} \Sigma_1 \\ \Sigma_2 \\ \Sigma_3 \\ \Sigma_4 \\ \Sigma_5 \\ \Sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathrm{E}_{11} \\ \mathrm{E}_{22} \\ \mathrm{E}_{33} \\ \gamma_4 \\ \gamma_5 \\ \gamma_6 \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} \gamma_4 &= 2\mathrm{E}_{12} \\ \gamma_5 &= 2\mathrm{E}_{23} \\ \gamma_6 &= 2\mathrm{E}_{31} \end{aligned} \tag{VIII-5}$$

Si on impose par exemple comme conditions aux limites celles données par l'équation (VIII-6) et qu'on remplace dans la relation (VIII-5), on obtient la relation (VIII-7) qui permet de déterminer tous les éléments de la première colonne du tenseur des rigidités donnés par l'équation (VIII-8).

$$E_{11} = 1 \text{ et } E_{22} = E_{33} = \gamma_4 = \gamma_5 = \gamma_6 = 0, \tag{VIII-6}$$

$$\begin{bmatrix} \Sigma_1 \\ \Sigma_2 \\ \Sigma_3 \\ \Sigma_4 \\ \Sigma_5 \\ \Sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \tag{VIII-7}$$

$$\Sigma_1 = C_{11}, \Sigma_2 = C_{21}, \Sigma_3 = C_{31}, \Sigma_4 = C_{41}, \Sigma_5 = C_{51}, \Sigma_6 = C_{61.} \tag{VIII-8}$$

En répétant six fois cette opération, on déduit la totalité du tenseur effectif de rigidité. Ensuite, en inversant cette matrice on obtient le tenseur effectif de souplesse et l'on peut en déduire les propriétés (modules et coefficients) effectives du matériau. Tous ces principes d'homogénéisation et ces démarches sont clairement détaillés par Besson [Besson *et al*, 2004] et Renard [Renard *et al*, 2005]. La dernière difficulté consiste à imposer des conditions limites à la cellule élémentaire de façon à avoir un état de déformation homogène (ou de contrainte si on travaille en force) dans tout le volume.

Il existe plusieurs méthodes pour appliquer des conditions aux limites à une cellule élémentaire. Parmi les plus utilisées, on peut citer la méthode de Dirichlet et celle des conditions aux limites périodiques, plus adaptées aux microstructures périodiques comme dans notre cas. Cette deuxième méthode qui permet d'avoir des résultats plus proches de la réalité [Daggumati *et al*, 2010] est celle que nous adoptons.

D'après la méthode des conditions aux limites périodiques, Si nous décidons d'appliquer une déformation moyenne $\underset{\sim}{E}$ à notre cellule, cela revient à appliquer en tout point M de position $\underline{x}$ du volume V un champ de déplacement $\underline{u}$ qui s'écrit

$$\underline{u} = \underset{\sim}{E} \cdot \underline{x} + \underline{v} \tag{VIII-9}$$

où $\underline{v}$ est un vecteur de fluctuation périodique, c'est-à-dire prenant la même valeur en deux points opposés de la frontière ∂V du volume V, d'où l'intérêt comme indiqué plus haut d'avoir un maillage avec une coïncidence parfaite entre les nœuds des faces opposées. Les codes de calculs disposent de scripts adaptés pour l'application et la gestion de ce type de conditions aux limites.

VIII.3.2 Mise en place des calculs

Les calculs d'homogénéisation du comportement sont réalisés avec le code de calcul Zebulon, développé au centre des matériaux P. M. FOURT. Avant de se lancer dans les calculs, trois tâches essentielles sont à considérer au préalable :

La première est la création des fichiers matériaux des constituants de la cellule élémentaire. Il faut se rappeler que nous ne modélisons pas les fibres mais les mèches et la matrice PEEK qui est hors des mèches. Ceux ci sont des matériaux unidirectionnels et donc isotropes transverses, constitués de fibres de carbone Haute résistance (HR) de fabrication Tenax et de matrice PEEK. Ainsi une première homogénéisation s'impose afin de déterminer les propriétés mécaniques du toron. En s'appuyant sur les propriétés mécaniques des fibres et de la matrice données au tableau VIII.2, ainsi que des formules d'homogénéisation données par [Berthelot, 2005] pour le cas des unidirectionnels à fibre de carbone haute résistance, nous obtenons les propriétés homogénéisées des mèches résumées au tableau VIII.3. Le module longitudinal E_1 et le coefficient de poisson longitudinal ν_{12} (égal à ν_{13}) sont bien approximés par les lois de mélange. Les modules de traction transverse E_2 (égal à E_3) et de cisaillement plan G_{12} (égal à G_{13}) sont approximés grâce aux équations de Halpin Tsai. Le module de cisaillement transverse G_{23} est calculé au moyen de la relation établie par Chamis et on en déduit enfin le coefficient de poisson transverse ν_{23} qui est calculé au moyen de la relation d'isotropie transverse qui lie E2(ou E3) à G23 et ν_{23} dans le plan (2,3).

Fibre de carbone HTA : Matériau Isotrope transverse		Matrice PEEK (poly ether ether ketone): Matériau isotrope	
Module longitudinal E1 (GPa)	240	Module d'Young E (GPa)	3,8
Module transversal E2 = E3 (GPa)	28	Module de cisaillement G (GPa)	1,36
Module de cisaillement plan G12= G13 (GPa)	24	Coefficient de poisson ν	0,4
Module de cisaillement transverse G23 (GPa)	10,7		
Coefficient de poisson plan ν12 = ν13	0,3		
Coefficient de poisson transverse ν23	0,4		
Résistance en traction longitudinale (MPa)	3950	Résistance en traction (MPa)	140
Déformation à rupture en traction longitudinale (%)	1,7	Déformation à rupture (%)	50

Tableau VIII.2. Propriétés des constituants de base de la cellule élémentaire.

Les propriétés des fibres de carbones et de la matrice PEEK proviennent des fiches techniques des fournisseurs (TENAX) et de la littérature [Berthelot, 2005], [Daggumati *et al*, 2010] et [Carrega et Coll, 2004]. Nous considérons également un taux volumique de fibres $\varphi_f = 0{,}83$. Cela peut paraitre élevé car la valeur usuelle se situe autour de 0,7. Nous avons dû prendre une valeur aussi élevée afin de garder constant le taux de fibre global qui est 0.52 dans le matériau massif, sachant que le taux volumique des mèches dans notre cellule vaut environ 0,62. En effet, si nous revenons au tableau VIII.1, on peut constater que la taille des mèches a été diminuée et l'épaisseur de la cellule a été augmentée afin d'éviter le contact entre les mèches qui rendait impossible le maillage. Ces ajustements ont eu pour effet d'augmenter considérablement le taux volumique de matrice située hors

des mèches. Pour rattraper cet excès de matrice, nous avons dû ajuster le taux de fibre dans les mèches de façon à garder constant le taux de fibre global du matériau.

E_1 (GPa)	$E_2 = E_3$ (GPa)	$G_{12} = G_{13}$ (GPa)	G_{23} (GPa)	$\nu_{12} = \nu_{13}$	ν_{23}
204,6	19,69	10,21	9,48	0.31	0.04

Tableau VIII.3. Propriétés homogénéisées des mèches avec $\varphi_f = 0{,}83$

La deuxième tache consiste à trouver le moyen de gérer l'orientation des mèches au cours des calculs, notamment dans les zones ondulées. Ces mèches étant des matériaux isotropes transverses, il est nécessaire d'associer à chaque élément du maillage un repère local, comme l'indique la figure VIII.3. Cette orientation est gérée dans le code de calcul ZéBuLon par des scripts que nous écrivons. Le principe de ces scripts est de découper les mèches en tranches de longueur dx ou dy selon qu'on soit dans la direction chaine ou trame. Ensuite, puisque les mèches ondulent dans les plans (x,z) et (y,z), l'angle d'ondulation est donnée par

$\cos(\theta) = \frac{dz}{dx}$ ou $\cos(\theta) = \frac{dz}{dy}$ selon qu'on soit dans les directions chaine et trame.

Ainsi, tous les éléments d'une même tranche dx (ou dy) auront la même orientation dont la direction longitudinale fera un angle θ avec l'horizontale.

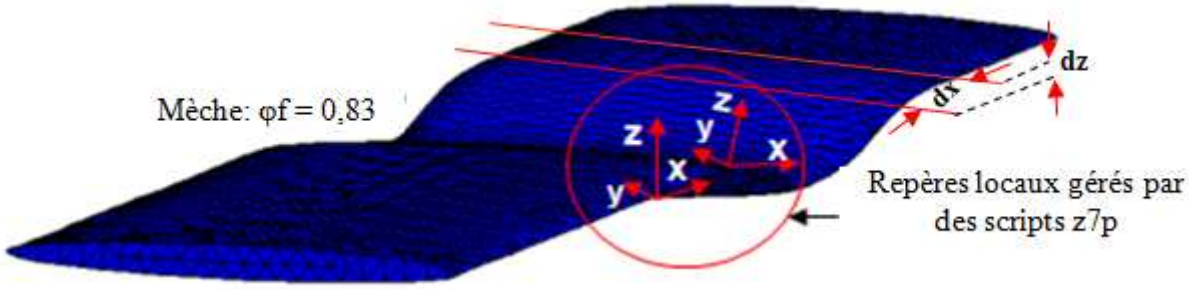


Figure VIII. 3. Principe de l'orientation locale des mèches au cours des calculs.

La dernière précaution à prendre est d'associer les nœuds des faces des contours par paire et dans les directions de périodicité (en l'occurrence trois dans notre cas), chacun avec son correspondant sur la face opposée afin de leur appliquer des conditions limites de type MPC qui garantissent l'équivalence des déplacements et des contraintes entre les deux nœuds. Cette tache assez fastidieuse pour des maillages aussi lourds que le notre est assez bien gérée par des scripts et programmes implémentés dans le code de calcul ZéBuLon. Toutes ces taches réalisées, il ne reste plus qu'à passer aux calculs proprement dits.

VIII.3.3 Résultats et analyses

A partir des propriétés homogénéisées des mèches au tableau VIII.3 et de la matrice au tableau VIII.2, la résolution des six problèmes en déformation homogène sur la cellule élémentaire à un pli est effectuée avec le code de calcul ZéBuLon. La figure VIII.4 représente les isovaleurs de déformation dans le cas d'une déformation macroscopique homogène E_{11}=1. La déformée nous montre d'une part les forts couplages tractions flexion-torsion dans les tissus et d'autre part que les zones d'ondulation des mèches sont les plus sollicitées, avec des déformations locales atteignant environ trois fois la valeur de la déformation macroscopique appliquée. On comprend aisément pourquoi les tissus ont des performances mécaniques moins bonnes que les UD puisque leur propre armure est source de concentration de contraintes. De plus, on peut remarquer qu'entre les résistances mécaniques des UD et celles des satins de 5, on a un facteur 3 à peu près qui coïncide avec le coefficient de surdéformation (rapport entre la déformation locale maximale et la déformation macroscopique appliquée) évoqué précédemment.

Les valeurs de toutes les propriétés mécaniques homogénéisées sur la cellule élémentaire et celles mesurées expérimentalement sur des composites tissés satin de 5 carbone/PEEK (PEEK Evonik et Victrex) sont résumées au tableau VIII.4. Globalement, on constate que les valeurs obtenues par calcul sont tout à fait dans la gamme des valeurs expérimentales. La symétrie du tissu est bel et bien respectée à savoir l'équivalence des directions 1 et 2. Dagummati [Daggumati *et al*, 2010] qui a travaillé sur le même type de matériau mais avec une matrice PPS a obtenu des résultats à peu près similaires. Cependant, même si celles-ci restent assez faibles, on peut quand même noter quelques différences entre les essais et les calculs pour ce qui est de la traction normale à l'épaisseur, du cisaillement plan et du cisaillement transverse. Plusieurs facteurs peuvent expliquer ces différences.

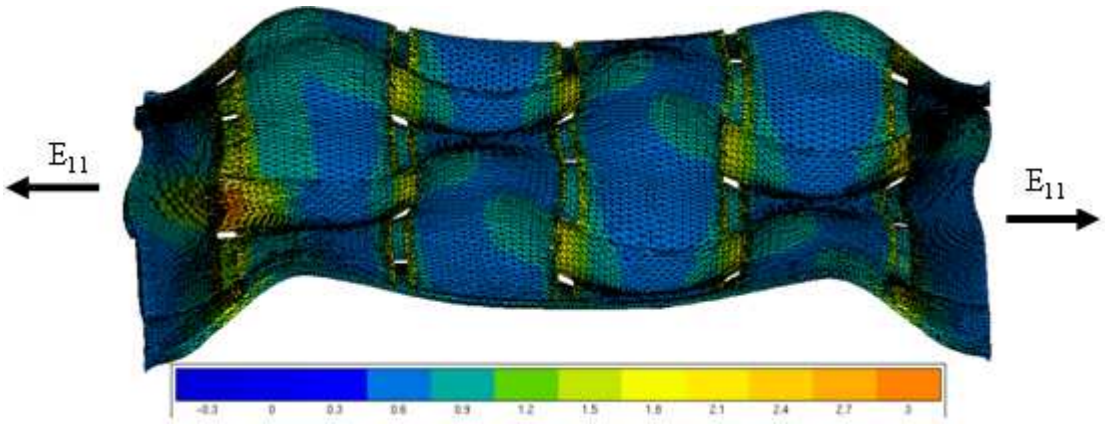


Figure VIII. 4. Déformée et isovaleurs des déformations locales ε_{11} du VER à un pli soumis à une déformation macroscopique E_{11} = 1 ; à noter les concentrations d'un facteur maximal 3 au niveau des ondulations.

En effet, afin d'avoir un taux de fibres dans la cellule égale au taux de fibres du matériau massif mesuré expérimentalement, nous avons dû surestimer le taux de fibres dans les mèches. Cela a eu pour effet de les rendre plus raides en traction transverse et en cisaillement plan car le comportement dans ces directions dépend aussi de la répartition spatiale des fibres. C'est ce qui explique cette légère

surestimation des modules E_3 et G_{12} de la cellule élémentaire. En ce qui concerne le module de cisaillement transverse (G_{13}), on constate que la valeur obtenue est à peu près le double de la valeur expérimentale. Il est bien possible que nous ayons sous estimé la valeur expérimentale qui est mesurée par essais de flexion trois points sur éprouvette courte. Il est démontré que la mesure du module par cette méthode est très sensible à la distance entre appuis [Bassery et Renard, 2011] et il est par conséquent très facile de la surestimer ou de la sous-estimer. Cela est d'autant plus vrai que Bassery [Bassery et Renard, 2011] et Daggumati [Daggumati *et al*, 2010] ont respectivement obtenu des valeurs expérimentales et par homogénéisation proches de notre valeur homogénéisée du tableau VIII.4.

Par ailleurs, il ne faudrait pas oublier qu'il y'a un autre effet très important, à savoir celui de l'empilement des couches dont la cellule élémentaire à un pli ne tient pas compte. Il se trouve que dans la réalité, les propriétés ne sont pas mesurées sur un seul pli mais sur un empilement de plis, qui est loin d'être parfait. On peut avoir des empilements de plis en phase (avec les mèches des différents plis ondulant en phase), décalés (avec un retard de phase entre les mèches des différents plis), et en opposition de phase (où les mèches des plis voisins ondulent en opposition de phase) (figure VIII.5). Les propriétés mesurées expérimentalement seront finalement une moyenne de tous ces types d'empilement. Pour illustrer l'influence de l'empilement sur les propriétés, nous avons considéré les deux cas extrêmes, à savoir les empilements en phase et en opposition de phase

	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
Calculs	54,74	54,75	11,43	5,55	2,81	2,81	0,087	0,40	0,40
Mesures (7 plis)	57,64	57,10	8,33	4 ,55	1,51	1,51	0,05	ND	ND

Tableau VIII.4. Résumé des propriétés homogénéisées et comparaison avec les valeurs expérimentales mesurées sur sept plis (ND signifie non disponible).

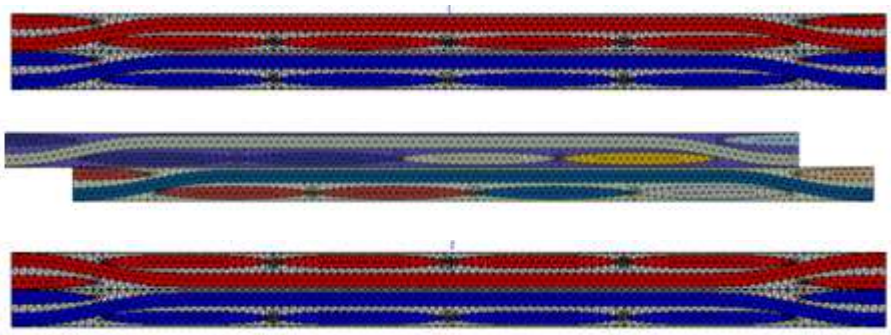


Figure VIII. 5. Les types d'empilements rencontrés dans les matériaux réels : du haut vers le bas, empilement en phase, en décalage de phase et en opposition de phase.

VIII.3.4 Influence de l'empilement des couches

VIII.3.4.1 Le VER à deux plis

Le VER à deux plis consiste tout simplement à l'empilement l'un sur l'autre de deux VER à un pli dans les deux configurations extrêmes, à savoir en phase puis en opposition de phase comme indiqué à la figure VIII.5. Les conditions aux limites périodiques sont appliquées exactement sur le même principe que précédemment à la seule différence qu'on a un maillage plus lourd et donc très long à calculer. Sa taille finale fait à peu près 600000 degrés de liberté.

VIII.3.4.2 Calculs et analyses

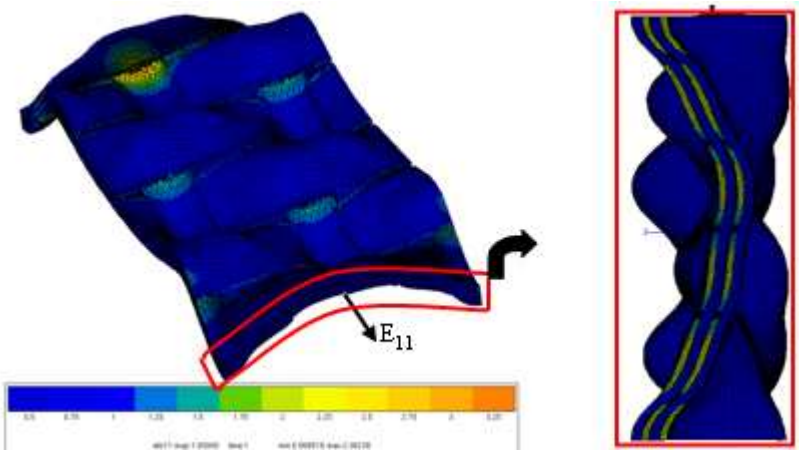


Figure VIII. 6. Isovaleurs des déformations ε_{11} (à gauche) et des contraintes σ_{11} (à droite) locales du VER à deux plis en phase soumis à une déformation macroscopique $E_{11} = 1$.

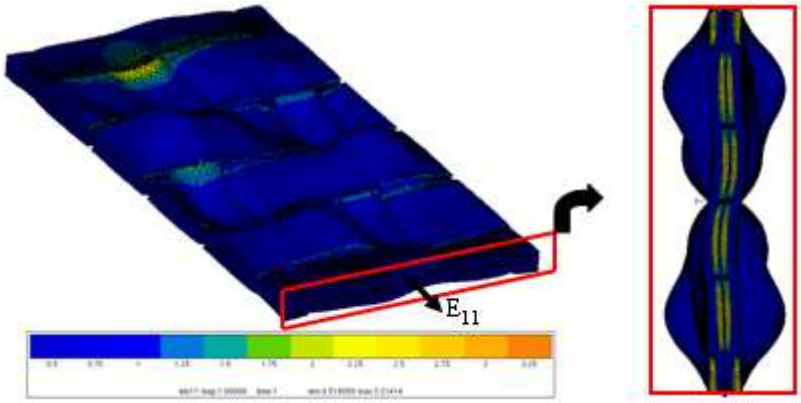


Figure VIII. 7. Isovaleurs des déformations ε_{11} (à gauche) et des contraintes σ_{11} (à droite) locales du VER à deux plis en opposition de phase soumis à une déformation macroscopique $E_{11} = 1$.

L'analyse des figures VIII.6 et VIII.7 nous permet de remarquer comme dans le cas à un seul pli, les zones d'ondulation sont les plus sollicitées. On peut également observer à quel point le type

d'empilement influence l'allure de la déformée de l'ensemble. Dans le cas en phase, les effets d'ondulations et de couplages traction-flexion-torsion entre les plis voisins vont s'additionner et on aura une amplification de la déformation du VER à un pli, puisque les deux plis se déforment en phase. On aura alors un matériau globalement plus déformable et donc moins rigide, ou du moins pas plus rigide que la cellule à un pli. Par contre dans le cas en opposition de phase, ces effets auront tendance à se neutraliser entre plis voisins et on aboutira à un matériau moins déformable et donc un peu plus rigide que la cellule à un pli. Ces effets sont d'ailleurs visibles sur les images de droite des figures VIII.6 et VIII.7, et sur les valeurs du tableau VIII.5, où l'on note dans le cas en opposition de phase une augmentation atteignant 1,5 GPa des modules dans les directions chaine et trame, et une diminution du coefficient de poisson plan (ν_{12}). De plus, les modules dans les directions chaine et trame ne sont plus parfaitement égaux comme dans le cas des VER à un pli et deux plis en phase, signe qu'une certaine anisotropie peut également être induite par l'empilement des couches. Comme je l'ai évoqué précédemment, le matériau réel étant constitué de sept plis, la valeur obtenue est en fait une moyenne de tous ces types d'empilements. Si nous faisons la moyenne obtenue sur les trois types de VER, on se rend bien compte que nos valeurs sont tout à fait cohérentes aux valeurs expérimentales mesurées.

	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
Calculs sur 1pli	54,74	54,75	11,43	5,55	2,81	2,81	0,087	0,40	0,40
Calculs sur 2 plis en phase	54,74	54,74	11,43	5,55	2,82	2,82	0,088	0,40	0,40
Calculs sur 2 plis opposés	56,26	55,75	11,42	5,52	2,86	2,86	0,076	0,40	0,40
Mesures (7 plis)	57,64	57,10	8,33	4 ,55	1,51	1,51	0,05	ND	ND

Tableau VIII.5. Résumés des propriétés calculées sur VER à un pli et à deux plis, et comparaison avec les valeurs expérimentales mesurées sur sept plis.

VIII.4 Localisation des endommagements dans le matériau.

VIII.4.1 Les critères d'endommagement

Nous avons utilisé dans cette partie le VER à deux plis en opposition de phase. Afin de localiser les différents types endommagements dans le matériau, nous avons introduit dans notre calcul un critère de Hoffmann. Ce dernier dans le cas 3D est donné par l'équation (VIII-10).

$$\frac{\sigma_1^2}{X_t X_c}+\frac{\sigma_2^2}{Y_t Y_c}+\frac{\sigma_3^2}{Z_t Z_c}+\left(\frac{\tau_{12}}{S_{12}}\right)^2+\left(\frac{\tau_{13}}{S_{13}}\right)^2+\left(\frac{\tau_{23}}{S_{23}}\right)^2+\left(\frac{1}{X_t}-\frac{1}{X_c}\right)\sigma_1+\left(\frac{1}{Y_t}-\frac{1}{Y_c}\right)\sigma_2+\left(\frac{1}{Z_t}-\frac{1}{Z_c}\right)\sigma_3-\frac{\sigma_1\sigma_2\sigma_3}{X_t Y_t Z_t}=1 \quad \text{(VIII-10)}$$

Dans l'équation (VIII-10), X, Y, Z, S_{12} et S_{23} représentent respectivement les résistances mécaniques en traction longitudinal, en traction transversale, en cisaillement plan et en cisaillement transverse. Les indices t et c quant à eux signifient traction et compression. Il faut noter que pour un UD (comme nos mèches), Y et Z sont équivalents, de même que S_{12} et S_{13}. Ce critère global donné par l'équation (VIII-10) est en fait la somme des contributions des différents mécanismes d'endommagement intervenant dans le matériau. La rupture des fibres ou rupture longitudinale (mode L) est due au premier terme, la fissuration transverse de la matrice dans le plan perpendiculaire au pli est due aux deuxième (mode T) et 4ème (mode LT) termes, la fissuration transverse de la matrice dans le plan du pli est due aux troisième (mode Z) et 5ème (mode LZ) termes, et enfin la fissuration de la matrice hors des plans principaux est due aux 6ème terme (mode TZ). Ces différents modes sont illustrés à la figure VIII.8.

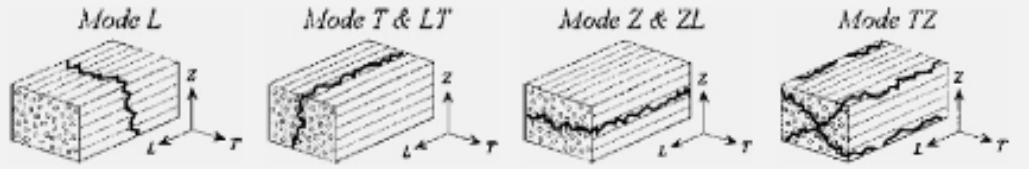


Figure VIII. 8. Les différents modes de ruptures des composites unidirectionnels [Daggumati *et al*, 2010].

Xt (MPa)	Xc (MPa)	Yt (MPa)	Yc (MPa)	S_{12} (MPa)	S_{23} (MPa)
3000	2000	80	130	60	60

Tableau VIII.6. Résistances d'un UD à fibres longues de carbone et φf = 70%.

Comme conditions aux limites, nous appliquons une déformation homogène E_{11} égale à 0.2%. Quant aux résistances mécaniques des mèches, nous avons considéré celles utilisées par Daggumati [Daggumati *et al*, 2010] résumées au tableau VIII.6. Ces valeurs sont celles d'un composite unidirectionnel à fibres longues de carbone et à 70% de taux volumique de fibres. Il est vrai que nos mèches ont été modélisées avec un taux de volumique de fibres égal à 83% au lieu d'environ 70% en réalité mais, ces données restent fiables puisque notre objectif dans cette partie est beaucoup plus qualitatif que quantitatif.

VIII.4.2 Résultats et analyses

Premièrement, on remarque que pour une déformation moyenne E_{11} de 0,2%, le critère global est atteint à certains endroits, signe qu'on est déjà en présence de dommages dans le matériau. La contrainte moyenne homogénéisée Σ_1 correspondante à cette déformation s'élève à 120 MPa, soit 720 MPa (en faisant une règle de 3 puisque le comportement est élastique linéaire) pour une déformation moyenne de 1,2% qui correspond à la déformation à rupture mesurée expérimentalement pour ce type de tissus. Cette contrainte obtenue par simulation à 1,2% de déformation moyenne est tout à fait dans

la gamme des contraintes à ruptures expérimentales de ce type de matériau ([Aucher, 2009], [Bassery, 2011]) ce qui nous conforte encore une fois quant à la fiabilité des calculs.

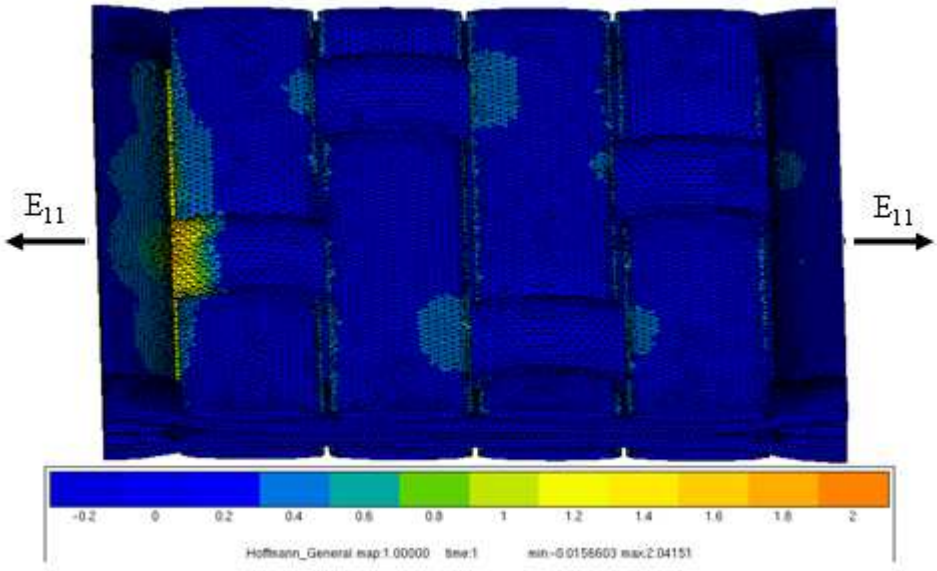


Figure VIII. 9. Isovaleurs du critère de Hoffmann pour une déformation moyenne E_{11} de 0,2%

Par ailleurs, la figure VIII.9 montre que les endommagements se localisent préférentiellement au niveau des croisements entre les mèches, et que les mèches transverses sont les plus affectées. Cela confirme le rôle essentiel joué par les ondulations dans la faiblesse de la résistance mécanique des tissus par rapport aux UD. Si l'on étudie les valeurs individuelles des différents termes du critère de l'équation (VIII-10), on constate que la valeur maximale du premier terme ($\frac{\sigma_1^2}{X_t X_c}$) représentant la rupture longitudinale en mode L est de l'ordre de 10^{-9} dans les mèches parallèles au chargement, c'est-à-dire quasiment nulle. Les valeurs maximales des termes représentant la fissuration de la matrice d'une part en mode T et Z ($\frac{\sigma_2^2}{Y_t Y_c}, \frac{\sigma_3^2}{Z_t Z_c}, \left(\frac{\tau_{12}}{S_{12}}\right)^2 et \left(\frac{\tau_{13}}{S_{13}}\right)$) sont de l'ordre de 10^{-4} et d'autre part en mode TZ ($\left(\frac{\tau_{23}}{S_{23}}\right)^2$) atteignent 0,2 dans les mèches transverses. Ces valeurs sont très supérieures à celle obtenue dans le cas de la rupture longitudinale et cela nous permet de conclure que la fissuration de la matrice est bel et bien le premier défaut qui se manifeste dans les tissus satins de 5 sollicités en traction, et que cet endommagement se produit préférentiellement dans les mèches perpendiculaires à la direction de chargement et dans les zones proche des ondulations. La figure VIII.10 qui représente les isovaleurs des deux principales contraintes responsables de la rupture en mode T et TZ à savoir σ_{22} et σ_{23} illustre bien ce propos. On peut y voir les lieux où elles sont maximales (zones encerclées).

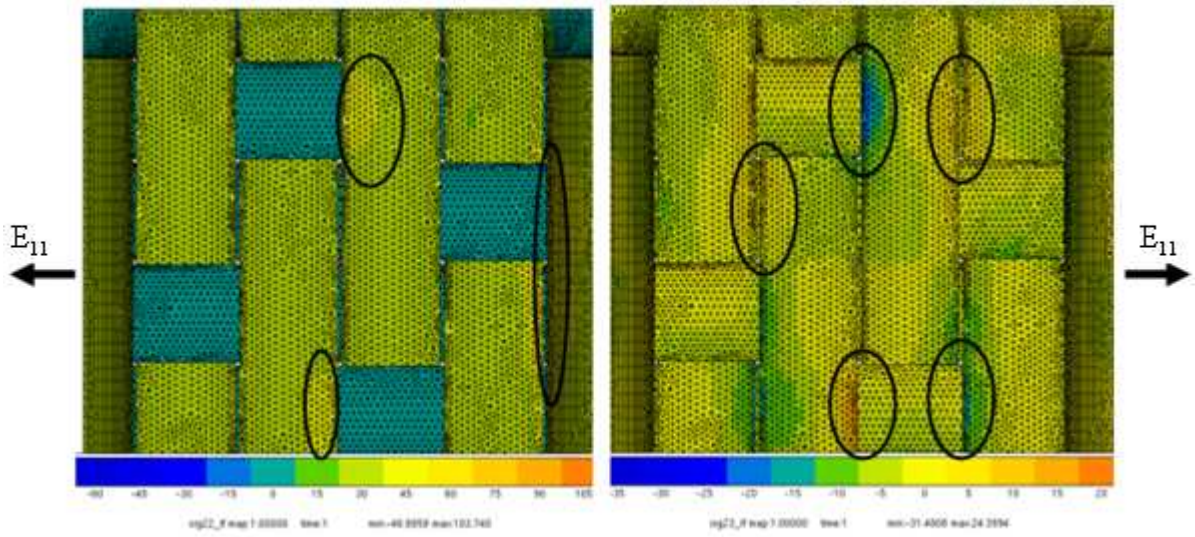


Figure VIII. 10. Isovaleurs des contraintes locales σ_{22} (à gauche) et σ_{23} (à droite) pour une déformation homogène E_{11} de 0.2% et leur localisations maximales.

VIII.5 Conclusion

Nous avons montré dans ce chapitre qu'à l'aide d'un calcul multiéchelle, nous pouvons comprendre et prédire avec une assez bonne précision le comportement élastique des composites tissés de type satin de 5. Nous avons également pu en déduire des explications sur l'influence des ondulations des mèches, qui créent des concentrations de contraintes et des surdéformations dans les zones d'enchevêtrements et qui sont responsables de leurs faibles modules et résistances mécaniques par rapport aux UD. On trouve par exemple un coefficient de surdéformation/concentration (rapport entre la déformation macroscopique appliquée et la déformation maximale locale) d'environ 3 au niveau de ces ondulations, valeur qui correspond à peu près au rapport qui existe entre les propriétés mécaniques des UD et des satins 5 (cf. chapitre III). Par ailleurs, l'introduction d'un critère de Hoffmann dans le VER nous montre que la fissuration des mèches transverses serait le premier défaut à se manifester. Enfin, Les VER à deux plis mettent en évidence l'influence des paramètres procédés tels que l'empilement en phase ou hors phase des plis sur les propriétés mécaniques, notamment avec une plus grande souplesse du matériau lors des empilements en phase des plis et une rigidification accrue pour les empilements en opposition de phase. En termes de perspectives à ce chapitre, nous envisageons dans l'avenir d'aller plus loin encore en passant à l'homogénéisation des microstructures endommagées. L'idée sera par exemple d'introduire directement des défauts comme les fissures et les délaminages intra et interlaminaires dans le VER sain afin de prédire l'abattement qu'ils causeraient sur les propriétés macroscopiques du matériau. On pourrait aussi envisager l'introduction des critères phénoménologiques de type Hashin dans ces VER afin de prédire la résistance macroscopique de ces matériaux.

Biliographie

[Aucher, 2009] : Jérôme Aucher. Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse de Doctorat de l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées de Rouen, 2009.

[Bassery et Renard, 2011] : J. Bassery, J. Renard. "Etude du délaminage en fatigue des composites tissés de carbone/PPS". Revue des Composites et des Matériaux Avancés, vol 21, n°10, p. 345–380, 2011.

[Besson *et al*, 2004] : J. Besson *et al*. Mécanique non linéaire des matériaux. Hermès, pp. 217-252, 2004.

[Berthelot, 2005] : J. M. Berthelot. Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005.

[Carrega et Coll, 2004] : Marc Carrega et Coll. Polyéthercétones, Matériaux industriels, matériaux polymères. Dunod, pp. 373-384, 2004.

[Daggumati *et al*, 2010]: S. Daggumati *et al*. "Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension: part II – Meso-FE modeling". Composites Science and Technology, vol. 70, pp. 1934 -1941.

[Dal Maso et Meziere, 1998] : J. Dal Maso, J. Meziere "Calcul des propriétés élastiques des tissus utilisés dans les matériaux composites". Revue de l'institut français du pétrole, vol. 53, n° 6, pp. 857-870, 1998.

[Grail *et al*, 2011] : G. Grail *et al*. "Chaine multimodèle : lien entre paramètres matériaux/procédés et performances des structures composites à renforts tissés". Revue des composite et des matériaux avancés, vol. 21, n°1, pp. 79-91, 2011.

[Hongzhou *et al*, 2012]: Hongzhou Li *et al*. "Micromechanical finite element analyses of fire-retarded woven fabric composites at elevated temperatures using unit cells at multiple length scales". Computational Materials Science, vol. 55, pp. 23–33, 2012.

[Ishikawa et Chou, 1982a]: T. Ishikawa, T. W. Chou. "Elastic behaviour of woven hybrid composites". Journal of Composite Materials, vol. 16, pp. 2-19, 1982.

[Ishikawa et Chou, 1982b]: T. Ishikawa, T. W. Chou. "Stiffness and strength behaviour of woven fabric composites". Journal of Materials Science, vol. 17, pp. 3211 -3220, 1982.

[Pongsak et Renard, 2010] : N. Pongsak, J. Renard. "Comportement de composites tissés épais soumis à des sollicitations quasi statiques". Revue des composite et des matériaux avancés, vol. 13, n°1, pp. 41-80, 2010.

[Renard *et al*, 2005] : J. Renard *et al*. Modèles micromécaniques. Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère. Hermès, pp.219-266, 2005.

[Shembekar et Naik , 1992a] : P. S. Shembekar, N. K Naik. "Elastic behaviour of woven fabric composites I. Lamina analysis". Journal of composite materials, vol. 26, pp. 2197-2225, 1992.

[Shembekar et Naik , 1992b] : P. S. Shembekar, N. K. Naik. "Elastic behaviour of woven fabric composites II. Laminate analysis". Journal of composite materials, vol. 26, pp. 2226-2246, 1992.

[Zeman et Sejnoha, 2004] : J. Zeman, M. Sejnoha. “Homogenization of balanced plain weave composites with imperfect microstructure: Part I—Theoretical formulation”. International Journal of Solids and Structures, vol. 41, pp. 6549–6571, 2004.

Chapitre IX :
Identification et validation de la loi de comportement élasto-viscoplastique en cisaillement plan du carbone/PEEK satin 5

RESUME : *l'objectif de ce chapitre est d'identifier et de valider les paramètres de la loi de comportement élastoviscoplastique en cisaillement plan du carbone/PEEK satin 5 mise en évidence au chapitre V. A cet effet, une méthode inverse par optimisation a été mis en œuvre grâce au code de calcul ZéBuLon qui contient un module d'optimisation (Zopt) doté d'algorithmes d'optimisation déjà implémentés et automatisés qui facilitent l'identification. Dans notre cas, nous avons utilisé l'algorithme de Levenberg-Marquardt qui consiste à chercher par minimisation des moindres carrés la plus grande coïncidence possible entre une courbe expérimentale et une courbe simulée sur un élément de volume (ou un point de Gauss). L'optimisation permet au final d'obtenir un jeu de paramètres qui permet de simuler avec une bonne précision le comportement élastoviscoplastique en cisaillement plan du matériau, pour des vitesses de déformation inférieures à $10^{-1}s^{-1}$ et pour des gammes de cisaillement atteignant les 7%. Par ailleurs, même au-delà des 7% de cisaillement, la précision reste assez bonne pour prédire le comportement jusqu'à rupture.*

IX.1 Critère de plasticité/viscoplasticité 203
IX.2 Identification des paramètres du modèle 205
IX.2.1 Simulation numérique de l'essai 205
IX.2.2 L'optimisation paramétrique 206
IX.2.3 Validation 208
IX.3 Conclusion 209

IX.1 Critère de plasticité/viscoplasticité

Au chapitre V, nous avons établi qu'en cisaillement plan, on avait un comportement mécanique de type élastoviscoplastique écrouissable. Pour modéliser ce comportement, nous avions opté pour une loi d'écrouissage de type Chaboche [Besson *et al*, 2001] constitué de deux contributions, à savoir un écrouissage cinématique X et un écrouissage isotrope R dont les expressions sont données au chapitre V. Quant à la viscoplasticité, nous avions déjà dans ce même chapitre opté pour un modèle de type Norton généralisé. Le modèle final retenu est une forme légèrement modifiée de celui de Bingham généralisé [Besson *et al*, 2001] et peut être résumé par le modèle rhéologique de la figure IX.1.

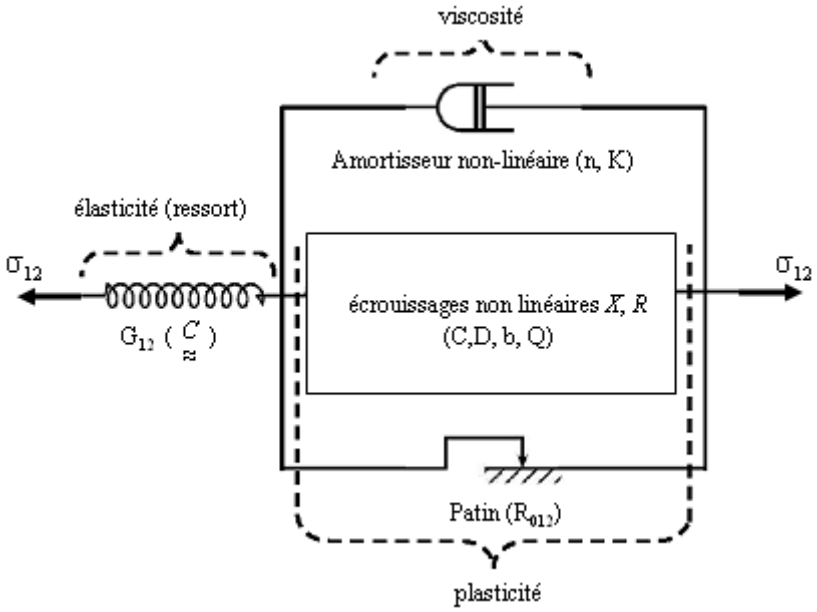


Figure IX. 1. Modèle rhéologique du comportement élastoviscoplastique en cisaillement du carbone/PEEK satin

Le modèle de la figure IX.1 s'explique de la façon suivante : pour un état de chargement quelconque (σ_{12}), l'écoulement élastique (ε^e) est automatiquement activé. Quant à l'écoulement viscoplastique (ε^p), ce dernier est activé par le patin qui se met en mouvement lorsque la charge qui le traverse atteint le seuil R_{012} : c'est le critère de plasticité (ou viscoplasticité) traduit par l'équation (IX-1), où ε^{totale} est la déformation totale du système et σ_{vp} la contrainte viscoplastique dans l'amortisseur.

$$
\begin{aligned}
&si\ \ \sigma_{12} - X - R - \sigma_{vp} < R_{012}\,, \quad \varepsilon_{12}^{totale} = \varepsilon_{12}^{e} = \frac{\sigma_{12}}{G_{12}}: \qquad \textit{élastique} \\
&si\ \ \sigma_{12} - X - R - \sigma_{vp} > R_{012}\,, \quad \varepsilon_{12}^{totale} = \varepsilon_{12}^{e} + \varepsilon_{12}^{p} \qquad\qquad (IX\text{-}1) \\
&\qquad\qquad \sigma_{12} = G_{12} \cdot \varepsilon_{12}^{e} = f(\varepsilon_{12}^{p}, \dot{\varepsilon}_{12}^{p}): \quad \textit{élastovisc oplastique}
\end{aligned}
$$

A partir de l'équation (IX-1), on peut déduire la contrainte efficace σ_{vp} responsable de la déformation viscoplastique (ε^p) une fois que la plasticité est activée. Elle est donnée par l'expression (IX-2) qui est la fonction de charge $f(\sigma,X,R)$ évoquée au chapitre V.

$$\sigma_{VP} = \sigma_{12} - X - R - R_{012} \equiv f(\sigma, X, R) \quad \text{(IX-2)}$$

Ainsi, pour qu'il y'ait écoulement viscoplastique, il suffit simplement que

$$f(\sigma,X,R) > 0 \quad \text{(IX-3)}$$

La vitesse de déformation plastique/viscoplastique ($\dot{\varepsilon}^p$) peut alors être calculée par la loi de Norton généralisée énoncée au chapitre V, que nous rappelons à l'équation (IX-4). Son module quant à lui n'est autre que la vitesse d'écoulement de la déformation plastique cumulée ($\dot{p}$) également exprimé à l'équation (IX-4). L'intégration de ces deux entités permet de remonter à la déformation plastique instantanée ε^p et à la déformation plastique cumulée p, toutes deux indispensables au calcul des termes d'écrouissage cinématique et isotrope.

$$\dot{\varepsilon}^p = \left(\frac{f(\sigma, X, R)}{K} \right)^n \quad et \quad \dot{p} = \left| \dot{\varepsilon}^p \right| \quad \text{(IX-4)}$$

A l'aide de ce modèle rhéologique, nous avons expliqué de façon simple les principes de la loi comportement élastoviscoplastique de notre matériau. Cependant, son implémentation dans le code de calcul ZéBuLon utilisé dans le contexte de ce travail est un peu plus complexe.

En effet, l'implémentation de la loi de comportement élastoviscoplastique dans le code de calcul se fait exactement suivant le même principe décrit précédemment mais avec une écriture plus généralisée afin de faciliter son application aux matériaux anisotropes. Ainsi, on passe d'une écriture scalaire à une écriture tensorielle. Le critère de plasticité de l'équation (IX-3) s'écrit alors sous la forme généralisée de Von Mises suivante :

$$f(\underset{\sim}{\sigma}, \underset{\sim}{X}, R) > 0 \quad c\grave{a}d \quad J(\underset{\sim}{\sigma} - \underset{\sim}{X}) - R - R_{012} > 0 \quad \text{(IX-5)}$$

Dans cette équation, $J(\underset{\sim}{\sigma} - \underset{\sim}{X})$ est un invariant du tenseur de contraintes qui est homogène à une contrainte et dont l'expression est donnée par l'équation (IX-6) où $\underset{\sim}{S}$ est la partie déviatorique du tenseur des contraintes, $\underset{\approx}{M}$ un tenseur d'ordre 4 introduit pour tenir compte de l'anisotropie du matériau et I la matrice identité. Le tenseur $\underset{\approx}{M}$ doit respecter la symétrie matérielle du matériau (orthotrope dans notre cas) et puisque le comportement viscoplastique n'a été mis en évidence qu'en cisaillement, seule la composante M_{66} de ce tenseur sera non nulle et nous fixerons sa valeur à 1. Il en est de même pour le tenseur d'écrouissage cinématique dont seule la composante X_{66} sera non nulle et sera déterminée par optimisation.

$$J(\underset{\sim}{\sigma} - \underset{\sim}{X}) = \sqrt{\frac{3}{2} (\underset{\sim}{S} - \underset{\sim}{X}) : \underset{\approx}{M} : (\underset{\sim}{S} - \underset{\sim}{X})} \quad avec \quad \underset{\sim}{S} = \underset{\sim}{\sigma} - \frac{1}{3} Tr(\underset{\sim}{\sigma}) I \quad \text{(IX-6)}$$

Le critère (IX-5) couplé à l'équation (IX-6) est la forme généralisée du critère de Von Mises implémentée dans le code de calcul ZéBuLon et que nous utiliserons lors de l'optimisation qui va

suivre. La prise en compte des phénomènes de plasticité/viscoplasticité et d'écrouissage dans le calcul n'interviendra que lorsque ce critère sera vérifié.

Dans cette partie, nous n'avons voulu rappeler que les notions incontournables lorsqu'il s'agit d'implémenter une loi de comportement non linéaire, notamment la notion très importante de critère de plasticité/viscoplasticité appliquée aux matériaux anisotropes. On peut se référer à Besson [Besson *et al*, 2001] et Bonnet [Bonnet, 2005] pour les détails techniques sur l'intégration complète et sur l'algorithme d'implémentation de cette loi de comportement élastoviscoplastique.

IX.2 Identification des paramètres du modèle

Le principe de l'identification est une méthode inverse qui consiste à effectuer une comparaison des courbes expérimentales à celles obtenues par simulation numérique. Le module d'optimisation Zopt du code de calcul ZéBuLon, bibliothèque d'algorithmes d'optimisation, offre des facilités supplémentaires pour la réalisation de cette tâche. L'ensemble des paramètres de la loi de comportement est résumé au tableau IX.1.

Paramètres	Nature mathématique	Signification
$\underset{\approx}{C}$	Tenseur d'ordre 4	Matrice de rigidité élastique (inverse de la souplesse) du matériau établi grâce aux essais de caractérisation du chapitre III et déjà utilisé au chapitre VII.
$\underset{\approx}{C_{ecr}}$ et $\underset{\approx}{D}$	Tenseurs d'ordre 4	caractérisent l'écrouissage cinématique (X) du matériau. Puisque la viscoplasticité n'a été mise en évidence qu'en cisaillement, seuls C_{ecr66} et D_{66} sont non nuls. Ils seront identifiés grâce aux essais de charge décharge ou de cisaillement plan (traction sur éprouvettes orientées à 45°).
$\underset{\approx}{M}$	Tenseur d'ordre 4	Caractérise la symétrie matérielle du matériau. Pour les même raisons que dans le cas des précédents paramètres, seul M_{66} est non nul.
R_{012}	Scalaire	Limite élastique en cisaillement plan du matériau. Identifié grâce aux essais de charges décharge ou de cisaillement plan au delà du domaine élastique.
n, K	scalaires	Caractérisent le potentiel d'écoulement de Norton. Leur définition. Ils permettent de rendre compte du retard à la plasticité et seront identifiés grâce aux essais de charge-décharge ou de cisaillement plan à différentes vitesses de chargement.
b, Q	scalaires	caractérisent l'écrouissage isotrope (R) du matériau. Ils seront identifiés grâce aux essais de charge-décharge ou de cisaillement plan sur éprouvettes orientées à 45°

Tableau IX.1. Résumé des paramètres de la loi de comportement élastoviscoplastique à identifier.

IX.2.1 Simulation numérique de l'essai

Pour tester la loi de comportement, nous utilisons un élément préimplémenté dans le code de calcul ZéBuLon et qui permet de réaliser la simulation de l'essai sur un point d'intégration. Cette méthode est peut être moins précise que celle consistant à modéliser exactement l'éprouvette mais elle présente

l'avantage qu'elle est déjà automatisée et est très rapide. Ainsi, sur cet élément (ce point de Gauss), on applique comme condition aux limites un cisaillement plan homogène suivant la même rampe que l'essai expérimental et toutes les autres composantes du tenseur des contraintes sont imposées à 0 (σ_{12} # 0 et $\sigma_{ij} = 0$ pour toutes les autres composantes). On simule ainsi un état de cisaillement pur, ce qui n'est pas exactement le cas lors de l'essai expérimental car obtenir un état de contrainte homogène est extrêmement compliqué. Cependant, la petite erreur que va induire cette approximation ne sera pas de nature à influencer de façon significative les résultats.

IX.2.2 L'optimisation paramétrique

L'optimisation numérique se fait par boucles itératives. Le critère de convergence correspond à la minimisation par les moindres carrés de l'écart entre les courbes expérimentales et simulées. L'algorithme employé est celui de Levenberg-Marquardt décrits dans [Levenberg, 1944] et [Marquardt, 1963]. Ce sont les paramètres *C, D, R_{012}, b* et *Q* qui sont déterminés en premier à l'aide des essais les plus lents, qui sont quasiment dénués des effets de la viscosité. Les essais de cisaillement plan à $10^{-4}s^{-1}$ illustrés au chapitre V ont été utilisés à cet effet. On simule ces essais en supprimant du modèle l'amortisseur représentant la viscosité. En toute rigueur, il aurait fallu réaliser des essais à des vitesses bien plus lentes (10^{-5} à $10^{-6}s^{-1}$) ou à défaut, des essais de charge-relaxation-décharge successifs comme l'a fait par exemple Bassery [Bassery, 2011] afin de s'assurer qu'on est totalement affranchi des effets de la viscosité. Cependant, faute d'éprouvettes, nous avons dû procéder avec les essais réalisés à $10^{-4}s^{-1}$ qui étaient les plus lents à notre disposition et qui contenaient encore sans doute une petite influence de la viscosité. Ensuite, pour déterminer les paramètres *n* et *K* de la loi d'écoulement de Norton, on ajoute au modèle la partie propre à la viscosité (l'amortisseur) et on optimise à nouveau uniquement en fonction de *n* et *K*. on utilise cette fois les essais de cisaillement plan à $10^{-3}s^{-1}$ et $10^{-1}s^{-1}$ (cf. chapitre V) de vitesse de déformation. Au cours de toutes ces optimisations, nous nous intéressons à avoir une excellente corrélation jusqu'à environ 5% de cisaillement plan (ε_{12}), qui est une valeur suffisamment élevée pour les dimensionnements. Cette valeur de 5% correspond aussi au maximum de cisaillement plan pour laquelle nous avons une équivalence entre la contrainte vraie et la contrainte nominale (cf. chapitre III). Les résultats de l'optimisation sont illustrés à la figure IX.2 et les valeurs des meilleurs paramètres déduits sont quant à eux résumés au tableau IX.2.

Les courbes d'optimisation de la figure IX.2 montrent une très bonne corrélation simulation-expérience dans la gamme de cisaillement (5%) choisi pour effectuer cette identification paramétrique. Au vue de ces courbes, on peut dire que les paramètres mesurés et résumés au tableau IX.2 sont très pertinents pour modéliser le comportement viscoplastique en cisaillement plan de ce matériau. En ce qui concerne justement les valeurs des paramètres, on peut remarquer que la valeur de *D* est quasiment nulle, ramenant le terme d'écrouissage cinématique non linéaire à une forme linéaire de module *C*. En effet, un développement limité de Taylor du premier ordre permet d'écrire

$$e^{x} \to 1 + x \quad si \quad x \to 0 \tag{IX-7}$$

On peut alors en déduire que

$$si\ D \to 0, \quad alors \quad X = (C/D)(1-\exp(-D\varepsilon^p)) \to (C/D)(1-(1-D\varepsilon^p)) = C\cdot\varepsilon^p \qquad \text{(IX-8)}$$

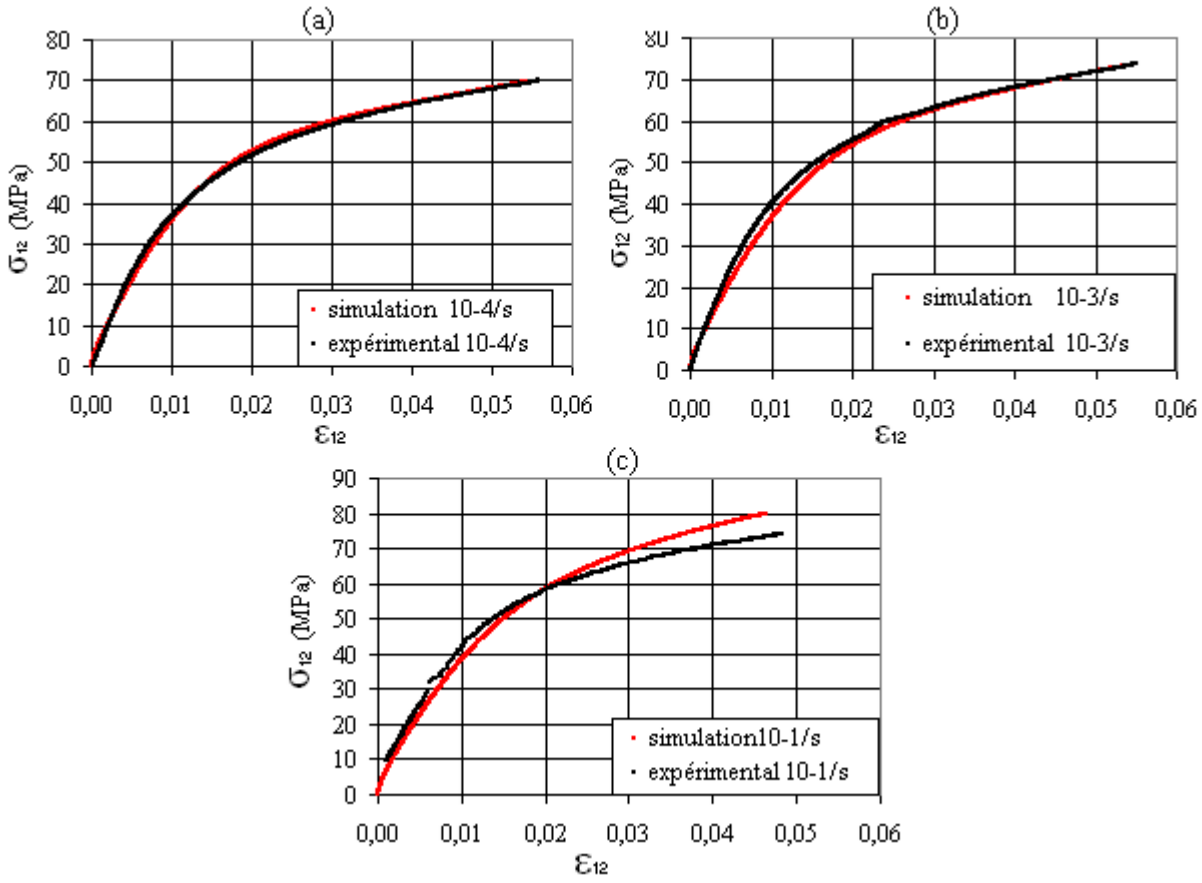


Figure IX. 2. Courbes d'optimisation des paramètres du modèle éléstoviscoplastique en cisaillement plan du carbone/PEEK satin 5 réalisée sur les éprouvettes de traction à 45°, aux vitesses de déformation longitudinale de $10^{-4}s^{-1}$ (a), $10^{-3}s^{-1}$ (b) et $10^{-1}s^{-1}$ (c) et sur une plage de cisaillement (ε_{12}) maximal de 6%.

paramètres	$\underset{\approx}{C}$	R_{012}	$\underset{\approx}{C_{ecr}}$ (C_{ecr66})	$\underset{\approx}{D}$ (D_{66})	Q	b	n	K	$\underset{\approx}{M}$ (M_{66})
valeurs	cf. chapitre VII	5	540	~0	84	148	1,5	300	1

Tableau IX.2. Résumé des valeurs de tous les paramètres de la loi élastoviscoplastique en cisaillement plan du carbone/PEEK satin 5.

Ainsi, l'écrouissage du modèle se ramène à un écrouissage de type isotrope non linéaire et cinématique linéaire comme le montre l'équation (IX-8). On pouvait à juste titre s'attendre à ce type d'écrouissage dans la mesure où si on observe à nouveau les courbes d'écrouissage au chapitre V (cf. figure V.6), on constate qu'on a dans un premier temps un écrouissage non linéaire, suivi d'une courbe paratiquement linéaire. Le fait de trouver *D=0* lors de l'optimisation nous ramène finalement à un

écrouissage cinématique linéaire, ce qui nous conforte plutôt quant à la bonne qualité de l'optimisation paramétrique réalisée. Cela est d'autant plus vrai que l'on peut également remarquer que la valeur du coefficient d'écrouissage *n* trouvée par optimisation est assez proche de celle déduite des essais de fluage au chapitre V.

IX.2.3 Validation

Après l'identification des paramètres, il est maintenant question de les valider. Pour cela, nous avons simulé dans un premier temps un essai de cisaillement plan avec une rampe 2mm/min de déplacement longitudinal de l'éprouvette à 45°, que nous avons comparé aux courbes expérimentales établies d'une part avec la contrainte nominale et d'autre part avec la contrainte vraie. Les résultats illustrés à la figure IX.3 montrent une excellente corrélation entre la courbe établie avec les contraintes vraies et ceci quasiment jusqu'à la rupture (il suffit de prolonger la courbe simulée en noir). La courbe mesurée à l'aide des contraintes nominales quant à elle montre une excellente corrélation jusqu'à environ 7% de cisaillement. Ainsi, qu'on prenne en compte les contraintes vraies ou nominales, la loi semble excellente pour simuler le comportement dans la gamme de cisaillement qui nous intéresse (5%). Ce premier calcul de validation conforte les paramètres obtenus par optimisation.

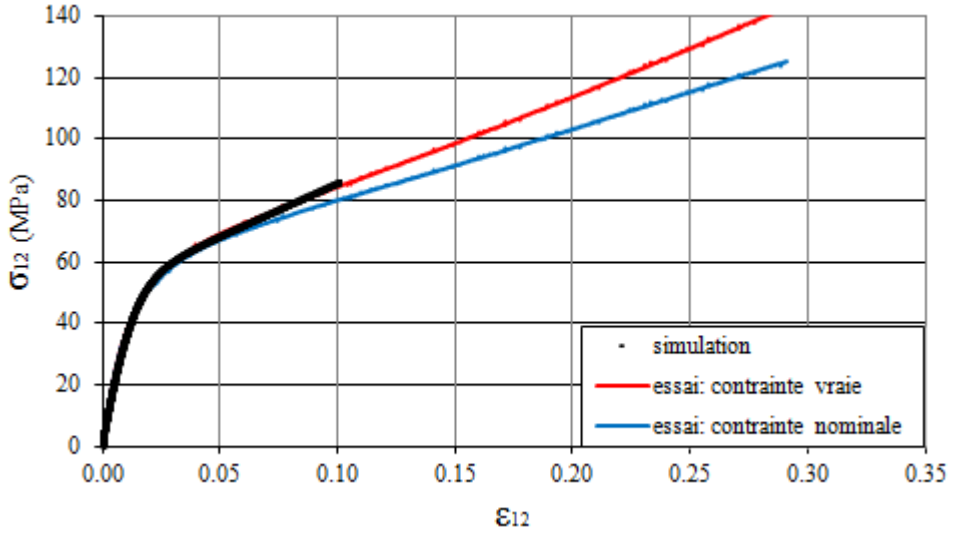


Figure IX. 3. Comparaison entre simulation et essais de cisaillement plan sollicité à 2mm/mn de déplacement en traction longitudinale de l'éprouvette orientée à 45°.

Le second calcul de validation concerne la simulation de l'essai de charge-décharge en cisaillement plan avec une rampe de 1 $MPa.s^{-1}$ de contrainte de traction longitudinale de l'éprouvette orientée à 45°. Les résultats représentés à la figure IX.4 montrent que même si on ne simule pas assez précisément les décharges du fait qu'on ne tient pas compte l'endommagement, on simule assez bien les courbes de charge. Ce deuxième cas nous permet de valider définitivement la loi de comportement élastoviscoplastique en cisaillement plan de notre matériau.

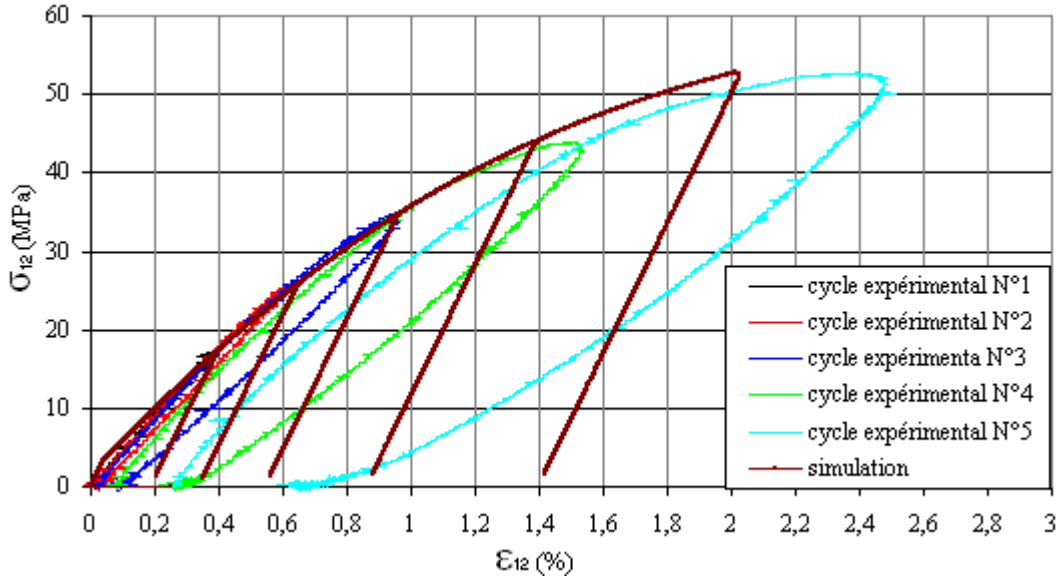


Figure IX. 4. Comparaison entre simulation et essais de charge décharge en cisaillement plan sollicité à 1MPas^{-1} de contrainte en traction longitudinale de l'éprouvette orientée à 45°.

IX.3 Conclusion

Au terme de ce chapitre, on peut dire que nous avons identifié une loi assez basique et simple mais permettant de rendre compte fidèlement du comportement élastoviscoplastique du carbone/PEEK satin 5 en cisaillement. Cette loi montre une très bonne corrélation pour des vitesses de déformation inférieures à $10^{-1}s^{-1}$ et dans des gammes de cisaillement de l'ordre de 6 à 7% sachant que même au-delà, la précision reste tout de même acceptable comme le montrent les courbes de la figure IX .3. L'introduction d'une telle loi dans les calculs de structures peut s'avérer utile pour mieux comprendre ce qui se passe au-delà de l'élasticité (qui constitue le cadre général de quasiment tous les dimensionnements appliqués aujourd'hui) afin de réduire les coefficients de sécurité. Pour les métaux, c'est la maîtrise des phénomènes non linéaires tels que la plasticité qui ont permis d'accroître la confiance des constructeurs aéronautiques dans ces matériaux et de réduire de façon significative au fil des années les coefficients de sécurité appliqués aux structures métalliques. Il serait donc temps que les composites empruntent aussi cette voie.

Bibliographie.

[Bassery, 2011] : Josserand Bassey. Prise en compte du vieillissement et de la fatigue dans le dimensionnement des structures en matériaux composites. Thèse de Doctorat en Science et Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011

[Besson *et al*, 2001]: Jacques Besson *et al*. Mécanique non linéaire des matériaux. Hermès, 2001.

[Bonnet, 2005] : B. Bonnet. Comportement au choc des matériaux composites pour applications automobiles. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

[Levenberg, 1944] Levenberg, K. “A method for the solution of certain problems in least squares”. Quarterly of Applied Mathematics, Vol.2, pp. 164-168, 1944.

[Marquardt, 1963] Marquardt, D. (1963). ‘An algorithm for least-squares estimation of non linear parameters’. Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics, Vol. 11, pp. 431-441.

Chapitre X:
Application au calcul des structures composites : exemple de pièces en carbone/PEEK satin 5

RESUME : *Réduire les coûts des pièces composites ne signifie pas seulement agir sur le procédé ou sur la géométrie, mais consiste également à réduire les coefficients de sécurité qui restent très élevés dans le secteur aéronautique (six sigma). Or, réduire les coefficients de sécurité signifie aussi d'être en mesure de prédire de façon précise le comportement des pièces en service, ce qui nécessite des modèles toujours plus réalistes. Ce chapitre s'inscrit dans cette logique. Il sera question d'appliquer tout ce qui précède au calcul de pièces industrielles. Comme dans les chapitres précédents, nous prendrons en exemple le matériau modèle choisi à savoir le carbone/PEEK satin de 5. Les structures calculées seront des pièces de petites et moyennes dimensions, qui vont des formes singulières ou représentatives rencontrées dans la plupart des pièces industrielles à un démonstrateur grandeur nature. Grâce aux capacités exceptionnelles des calculateurs d'aujourd'hui, les modèles sont réalisés directement à l'échelle mésoscopique (du pli) et on a plus besoin de passer par la phase d'homogénéisation du comportement mécanique du stratifié avant le calcul des pièces. Cela offre la possibilité non seulement d'optimiser la séquence d'empilement des structures, mais surtout d'introduire les critères de délaminage directement sur la pièce. Cependant, la modélisation à l'échelle du pli accroit de façon exponentielle la taille du maillage et pour des pièces d'une certaine taille, on est en dehors des capacités des calculateurs même si des astuces permettent de réduire la taille des maillages. Ces astuces consistent à repérer par des calculs préalables les zones sensibles de la structure et de ne mailler que ces dernières à l'échelle du pli.*

Les résultats en général montrent une bonne corrélation entre calculs et essais et ouvrent des perspectives très intéressantes avec ces modèles mésoscopiques couplés aux critères de délaminage pour des dimensionnements plus sûrs et mois conservatifs. Le prédimensionnement d'une pièce industrielle a pu être mené avec succès en se servant des mesures expérimentales réalisées. De plus, une méthode a été proposée afin de prendre en compte l'impact du procédé de moulage sur le comportement mécanique des structures. Malgré son caractère basique, cette méthode donne des résultats tout à fait intéressants pour une première approche. Enfin, tous ces exemples de calculs des pièces moulées permettent de fermer la boucle que nous souhaitions réaliser dans cette thèse et qui va de la sélection des matières de base au moulage des pièces finales en passant par la mise en forme, la caractérisation et la modélisation par la méthode des éléments finis du comportement mécanique des matériaux et des structures.

X.1 Introduction 213
X.2 Cas du raidisseur Oméga 214
X.2.1 Présentation de la pièce et maillage 214
X.2.2 Calculs et comparaison à l'expérience 215
X.3 Cas de la multiconsolidation 218
X.3.1 Présentation de la pièce et maillage 218
X.3.2 Calculs et analyses 220
X.3.3 Essai expérimental et comparaison avec les calculs 221
X.4 Cas du coin de malle/valise 222
X.4.1 Présentation de la pièce et objectifs de l'étude 222
X.4.2 Modélisation du matériau du coin de valise 224
X.4.3 Simulations et validation expérimentale du comportement mécanique 226
X.5 Cas de la chape d'articulation 228
X.5.1 Présentation de la pièce 228
X.5.2 Calculs préliminaires sur la pièce métallique 229
X.5.3 Calculs de prédimensionnement de la chape composite 231
X.5.4 Prédiction par calcul du délaminage du prototype 234
X.5.5 Validation expérimentale 238
X.5.5.1 Etude des contraintes générées par le plaquage de la pièce 240
X.5.5.2 Validation de la tenue en charge et des critères de délaminage 241
X.6 Conclusion 246

X.1 Introduction

Dans les chapitres précédents, nous avons choisi les matières de base pour la mise en œuvre par le procédé de moulage par compression à chaud, les paramètres du procédé (cycles de température et de pression) ayant été optimisés vis à vis de chacune de ces matières. Ensuite, les matériaux moulés ont été caractérisés et leur comportement mécanique modélisé et validé. Au terme de cette thèse, Il est maintenant question de fermer la boucle par l'application de tous nos résultats aux structures et pièces industrielles. Comme je l'ai brièvement évoqué au chapitre introductif de cette thèse, les structures mises en œuvre dans ce projet sont des pièces petites et moyennes dimensions, qui vont des géométries simples et développables aux formes complexes non développables, présentant des dégressivités d'épaisseur et des zones à fortes concentrations de contraintes. Dans l'impossibilité de modéliser l'ensemble des pièces mises en œuvre au cours du projet, nous avons choisi d'étudier dans ce chapitre quatre d'entre elles représentées à la figure X.1 et qui sont représentatives de la grande majorité des pièces moulées.

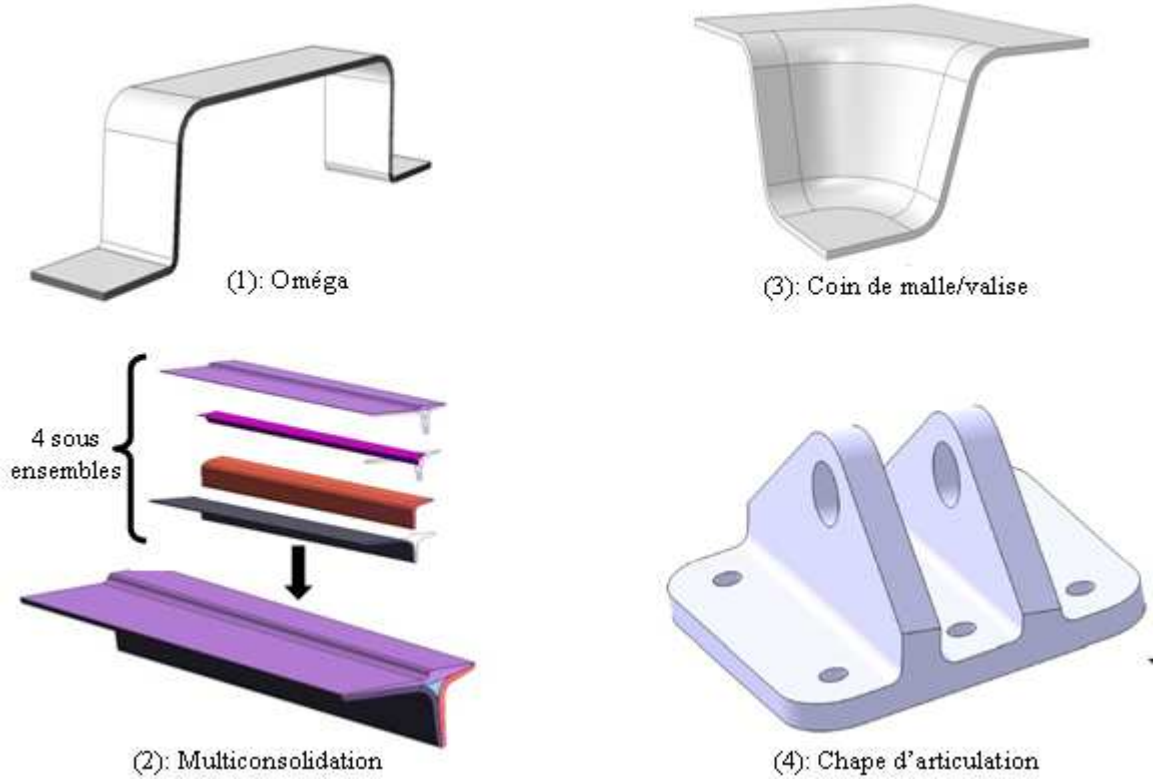


Figure X. 1. Résumé des 4 géométries des pièces à modéliser.

La géométrie nommée Oméga pour sa ressemblance avec cette lettre de l'alphabet grec est une sorte de raidisseur à forme développable et à épaisseur constante : c'est la géométrie idéale pour les composites à fibres continues car assurant une continuité parfaite des plis et des interfaces. La seconde géométrie dite multiconsolidation tire son nom du fait qu'elle est mise en forme par compression à

chaud de plusieurs sous ensembles eux mêmes préconsolidés par compression à chaud. Comme on peut le voir, celle-ci a une forme non développable et présente des dégressivités d'épaisseur, ce qui implique des discontinuités importantes des plis, sources de concentrations locales de contraintes. La troisième géométrie quant à elle dite coin de malle ou coin de valise a une forme développable mais avec une difficulté particulière, à savoir sa forme 3D qui peut être très préjudiciable à une bonne disposition des fibres lors du moulage. Ce problème a d'ailleurs déjà été évoqué au chapitre IV. Avec cette géométrie, nous proposerons une méthode de prise en compte des effets de forme 3D dans les calculs des pièces comportant ce type de géométrie. La quatrième et dernière géométrie est une chape d'articulation permettant sur un avion de relier la voilure au fuselage. Cette géométrie est la seule des quatre à être une pièce industrielle à proprement parler, les trois premières étant plutôt des formes dites singulières qu'on rencontre couramment dans les structures aéronautiques. Sur la figure X.1 est illustré le design métallique de la chape que nous essaierons dans la suite de passer en matériaux composites avec l'objectif de réduction de la masse. Toutes ces structures sont moulées dans notre matériau de démonstration à savoir le carbone/PEEK satin de 5 dont les propriétés du pli élémentaire ont été mesurées au chapitre III et validées au chapitre VII. Maintenant que nous avons présenté les quatre pièces qui feront l'objet de ce chapitre, nous allons passer à la modélisation de la première à savoir le raidisseur Oméga.

X.2 Cas du raidisseur Oméga

X.2.1 Présentation de la pièce et maillage

Comme nous l'avons mentionné, l'oméga est la structure idéale pour une pièce composite à fibres continues de part sa forme développable, régulière et à épaisseur constante. Comme le montrent les images de la microstructure des rayons à la figure X.2, on peut constater une parfaite maîtrise du procédé de moulage de cette pièce avec une disposition quasi-parfaite des plis dans ces zones.

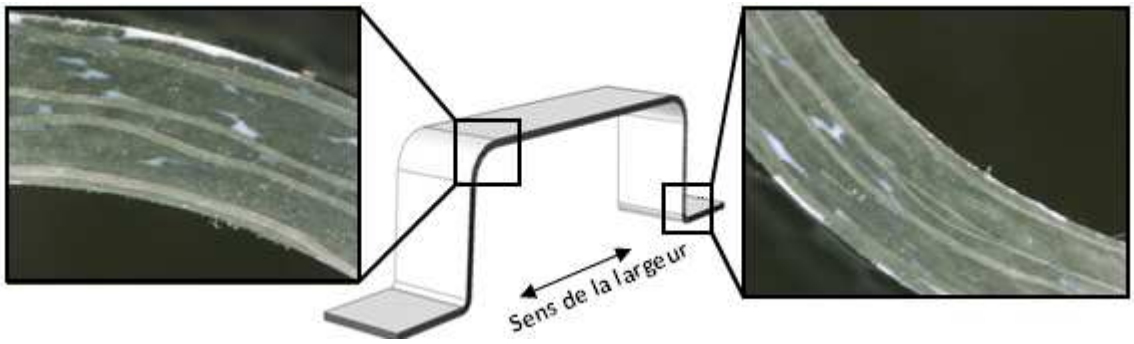


Figure X. 2. Microstructure des rayons de la structure oméga avec une disposition quasi-parfaite des plis.

Ces structures (comme toutes les autres) sont moulées suivant le procédé de 'hot pressing molding' décrit au premier chapitre sous forme de pièces de 30cm de long sur 20cm de large (largeur non développée) et constituées de huit plis empilés suivant une séquence quasi-isotrope symétrique

([0/+45/-45/90]s). Pour leur étude, des échantillons/éprouvettes de 3cm sont prélevés dans la longueur de la pièce. Le maillage de l'éprouvette est illustré à la figure X.3.

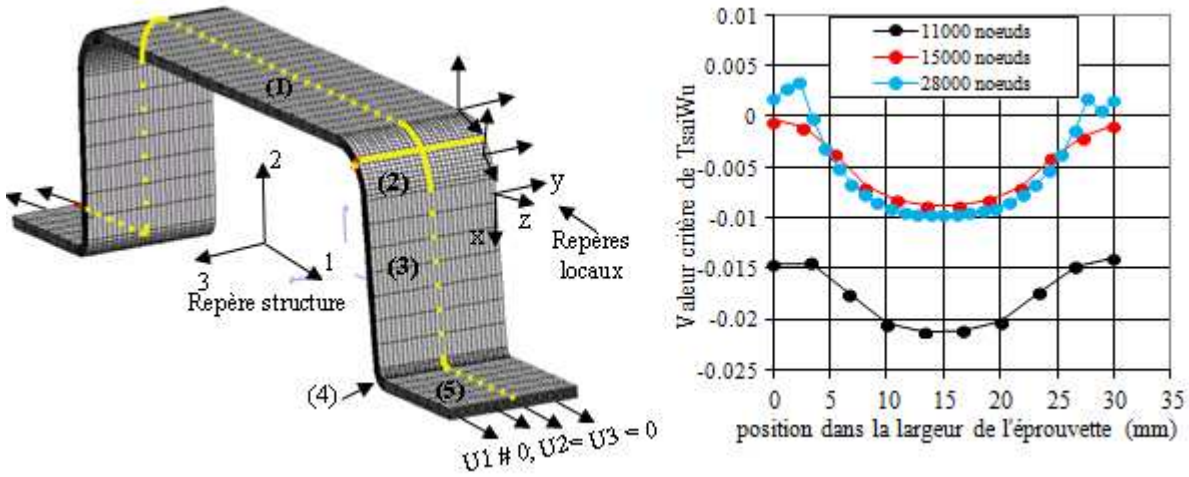


Figure X. 3. A gauche maillage de l'éprouvette Omega et à droite illustration de la convergence du maillage dans le dans la direction de la largeur de l'éprouvette.

La pièce n'étant pas très grande, la simulation numérique de la totalité de cette dernière se fait à l'échelle du pli. Ainsi, les huit plis sont modélisés avec leurs orientations respectives et on fait l'hypothèse d'une continuité parfaite des interfaces entre ces derniers. Pour le maillage (figure X.3), la forme régulière de la géométrie permet la réalisation d'un maillage structuré qui est très économique en temps de calcul. Les éléments solides cubiques linéaires à huit points de Gauss (C3D8) ont été choisis pour le réaliser. Ensuite, une étude de convergence au sens du maillage est réalisée dans les directions principales 1 et 3 de la structure afin de s'affranchir de la dépendance des résultats au maillage. Dans la direction de l'épaisseur des plis, nous imposons juste 1 élément par pli afin de limiter la taille du maillage puisque la modélisation des plis en eux même constitue déjà un raffinement qui la démultiplie. Ainsi, dans les directions 1 et 3, l'évolution d'une grandeur pertinente en fonction de la finesse de la discrétisation le long de deux lignes (en jaune sur la figure X.3) prises dans ces deux directions et traversant toute la pièce permet de déterminer dans chacune de ces directions la taille minimale de la maille pour laquelle on s'affranchit des effets du maillage. Comme grandeur pertinente pour l'indication de la convergence, nous avons choisi le critère de Tsai-Wu. L'image de droite de la figure X.3 nous illustre l'exemple de la convergence du maillage dans la largeur de l'éprouvette (direction 3), où la valeur de ce critère le long de la ligne jaune dans le rayon supérieur converge à partir de 15000 nœuds. La dimension de la maille dans cette direction (la largeur) est alors figée et une seconde étude de convergence est réalisée en ne faisant varier que la dimension de la maille dans le sens de la longueur de l'éprouvette (direction 1). Une fois le bon maillage trouvé, on peut passer aux calculs.

X.2.2 Calculs et comparaison à l'expérience

Les conditions aux limites utilisées pour les calculs sont illustrées à la figure X.3. Cette première pièce ne présentant pas de difficulté particulière, nous allons l'utiliser juste pour une nouvelle validation sur structure du comportement mécanique du pli élémentaire de notre matériau de démonstration. Ainsi, une simple traction est exercée sur les flancs de l'oméga comme l'indique la figure X.3. Le modèle étant à l'échelle mésoscopique, les calculs sont réalisés dans les repères locaux (x,y,z) associés à chaque élément et dans lesquels sont exprimées les matrices de comportement (rigidité/souplesse) des différents plis. Ensuite, selon le besoin, les résultats sont soit affichés directement dans ces repères locaux, ou alors ils sont ramenés dans le repère global (1,2,3) de la pièce. La principale difficulté révélée par ce premier calcul est l'affectation des repères locaux à chaque élément de chaque pli, surtout dans les zones de courbure. Cela est beaucoup plus fastidieux que compliqué car des outils et des scripts automatisés dans les codes de calcul Abaqus et ZéBuLon permettent de gérer assez facilement l'orientation des éléments, même pour des formes complexes. C'est surtout la mise en données du modèle pour les calculs qui est très longue car il faut partitionner la pièce en portions de même géométrie (portions (1) à (5) figure X.3), puis sélectionner chaque pli dans chacune de ces partitions pour lui affecter la bonne orientation (repère local). La simulation étant pilotée en déplacement, on enregistre les efforts appliqués sur le flan dans la direction 1 du repère global/structure. Ces efforts sont normalisés par la section droite du flan (épaisseur x largeur) pour obtenir ce que nous appellerons par abus de langage la contrainte nominale de traction. Les résultats des calculs et leur comparaison à l'essai expérimental sont résumés aux figures X.4 et X.5.

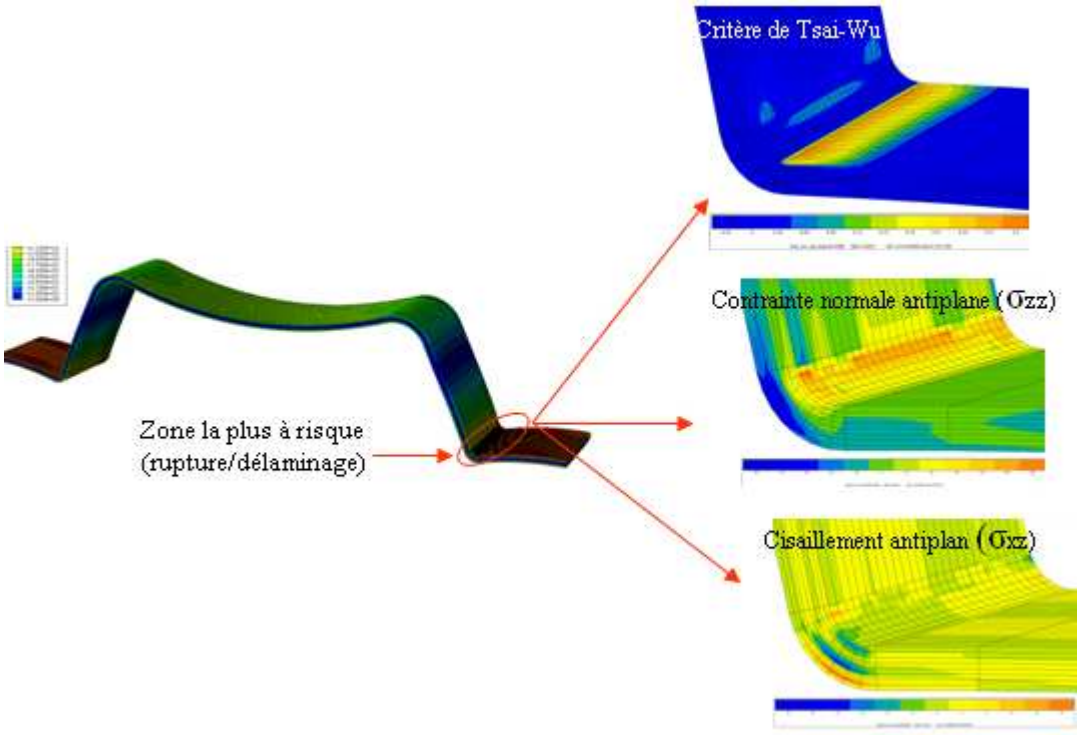


Figure X. 4. Déformée de la structure oméga obtenue par calcul et prédiction de la zone critique.

La déformée simulée de la pièce illustrée sur la figure X.4 nous montre un effet de structure très important matérialisé par une forte modification de sa forme. L'analyse des isovaleurs du critère de Tsai-Wu (établi au chapitre VI) ainsi que des contraintes antiplanes susceptibles d'engendrer le délaminage nous suggère que la zone du petit rayon inférieur est de loin la plus vulnérable et devrait être le point de départ de la rupture finale de la pièce. Cela est confirmé par la figure X.5 où on peut voir que la rupture se produit effectivement à cet endroit là avec en plus une déformée expérimentale de l'éprouvette qui ressemble en tout point à celle obtenue par calcul. Ces premières observations témoignent déjà de la fiabilité des calculs réalisés.

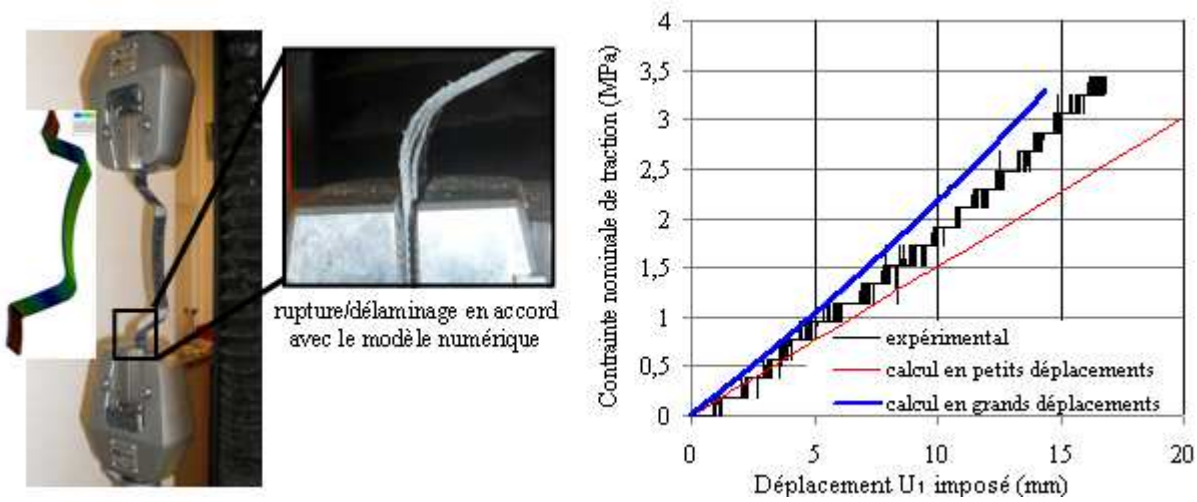


Figure X. 5. Essai de traction sur la structure Oméga et comparaison des courbes expérimentales et simulées.

En ce qui concerne les courbes des efforts de la figure X.5, on remarque que la courbe expérimentale présente un comportement non linéaire à partir de 5mm de déplacement imposé. Cette non linéarité n'est en aucun cas une non linéarité de type plasticité ou viscosité liée au matériau, mais est plutôt d'origine géométrique (effet de structure). En effet, le raidisseur Oméga implique de très grands déplacements comme le montre la figure X.4, ce qui entraine une forte modification de la forme de la pièce. Le changement de forme de la pièce entraine une modification de l'orientation des locale des plis et des conditions aux limites. Il en résulte alors un effet non linéaire sur la courbe qui n'a finalement rien à voir avec le matériau. Cela est prouvé par les calculs élastiques réalisés sur le modèle mésoscopique dans un premier temps avec l'hypothèse des petits déplacements (courbes en rouge figure X.5) et dans un second temps en grands déplacements (courbe en bleue figure X.5). Les calculs en petit déplacements sont en parfait accord avec la courbe expérimentale dans la partie linéaire mais diverge par la suite. Cela n'est pas une surprise dans la mesure où avec cette hypothèse, on considère que la pièce ne subit pas de modification significative de forme et d'orientation locale de ses plis, d'où un comportement qui reste parfaitement linéaire jusqu'à la fin. Par contre, si on regarde la courbe bleue calculée avec l'hypothèse des grands déplacements, on note un bien meilleur accord aussi bien dans la partie linéaire que non linéaire des courbes. Avec l'hypothèse des grands déplacements, l'orientation locale du matériau est actualisée après chaque incrément, d'où les

meilleurs résultats obtenus. Il faut rappeler que l'utilisation de l'hypothèse des grands déplacements se fait dans le code de calcul Abaqus en activant l'option 'Nlgeom' (qui signifie Non linear geometry).

A l'issue de ces premiers calculs sur une structure relativement simple, on peut affirmer que le matériau utilisé (carbone/PEEK satin 5) a été bien identifié par les essais expérimentaux car on a un excellent accord entre l'expérience et les calculs de la pièce. On peut également dire que les modèles multicouches donnent la possibilité d'observer ce qui se passe au niveau de chaque pli et permettent d'obtenir une meilleure prédictibilité du comportement global de la pièce. Ces modèles mésoscopiques sont donc une voie intéressante pour l'optimisation des séquences d'empilement. Cependant, ce premier calcul révèle aussi quelques difficultés majeures qui sont la mise en donnée très lourde et fastidieuse, et les maillages dont la taille s'envole dès que l'on modélise les plis. Il va de soi que dès lors qu'il s'agira de calculer des pièces plus grandes et très épaisses, et si on doit en plus introduire des critères de délaminage (cf. chapitres VI et VII) qui requièrent des maillages très fins, des stratégies de simplification du maillage devront être trouvées, au risque d'avoir des pièces incalculables dans des délais raisonnables.

X.3 Cas de la multiconsolidation

X.3.1 Présentation de la pièce et maillage

Comme l'illustre la figure X.1, cette géométrie est mise en forme par consolidation de quatre sous-ensembles préconsolidés. Le premier problème posé par cette pièce est de savoir comment se comporteront les interfaces entre les différents sous-ensembles lors d'une sollicitation mécanique. Par ailleurs, cette géométrie présente également des dégressivités d'épaisseur qui vont induire une deuxième difficulté. C'est celle du drapage de la pièce qui va obligatoirement contenir des discontinuités de plis qu'il va falloir gérer. Ces discontinuités sont des sources de concentrations de contraintes et génèrent aussi des états de contraintes 3D propices au délaminage [0'Brien, 2001].

En ce qui concerne le comportement des interfaces entre les différents sous ensembles, nous choisirons de façon intuitive une sollicitation qui permettra de les mettre à contribution et nous y introduirons le critère de délaminage précédemment identifié afin de prédire leur ouverture. Ce modèle numérique sera mis en œuvre expérimentalement afin de vérifier les prédictions. Quant au second problème lié à la présence des dégressivités d'épaisseur, nous adopterons le principe d'empilement des plis suivant lequel il est en général préférable pour l'intégrité de la pièce d'éviter d'avoir des discontinuités de plis dans les zones vulnérables. Dans notre cas, cela veut dire en surface de la pièce et aux interfaces entre les sous-ensembles. Ainsi, les discontinuités de plis seront cantonnées à l'intérieur de chaque bloc. La figure X.6 illustre la microstructure de la pièce fabriquée, le méso-modèle réalisé ainsi que la séquence d'empilement au niveau de la section maximale de chacun des sous-ensembles. On peut bien y distinguer les discontinuités de plis à l'intérieur des différents blocs et la complexité de sa mésostructure de la pièce du fait des dégressivités d'épaisseur. On peut aussi remarquer dans le modèle la partie en bleu dite tête de clou, qui est courante et quasiment inévitable dans les pièces composites à formes non développables. Cette tête de clou ne reprend quasiment aucun

efforts et les calculs sont parfois réalisés sans même en tenir compte (on considère du vide à cet endroit là). Dans tous nos modèles où la tête de clou apparait, nous lui affectons comme matériau celui de la matrice (PEEK). Elle sera donc considérée comme un matériau isotrope, même si dans la réalité (et les images de la figure X.6 en témoignent) elle est constituée d'un mélange de matrice et de renforts (fibres, plis) qui lui donnent un peu de consistance et évite qu'elle ne flue lors du moulage.

Par ailleurs, même si la tête de clou ne reprend quasiment aucun effort, ses extrémités sous certains modes de sollicitation sont le siège de concentrations et de gradients importants de contraintes susceptibles d'amorcer la ruine de la pièce. Ces extrémités méritent aussi une attention particulière.

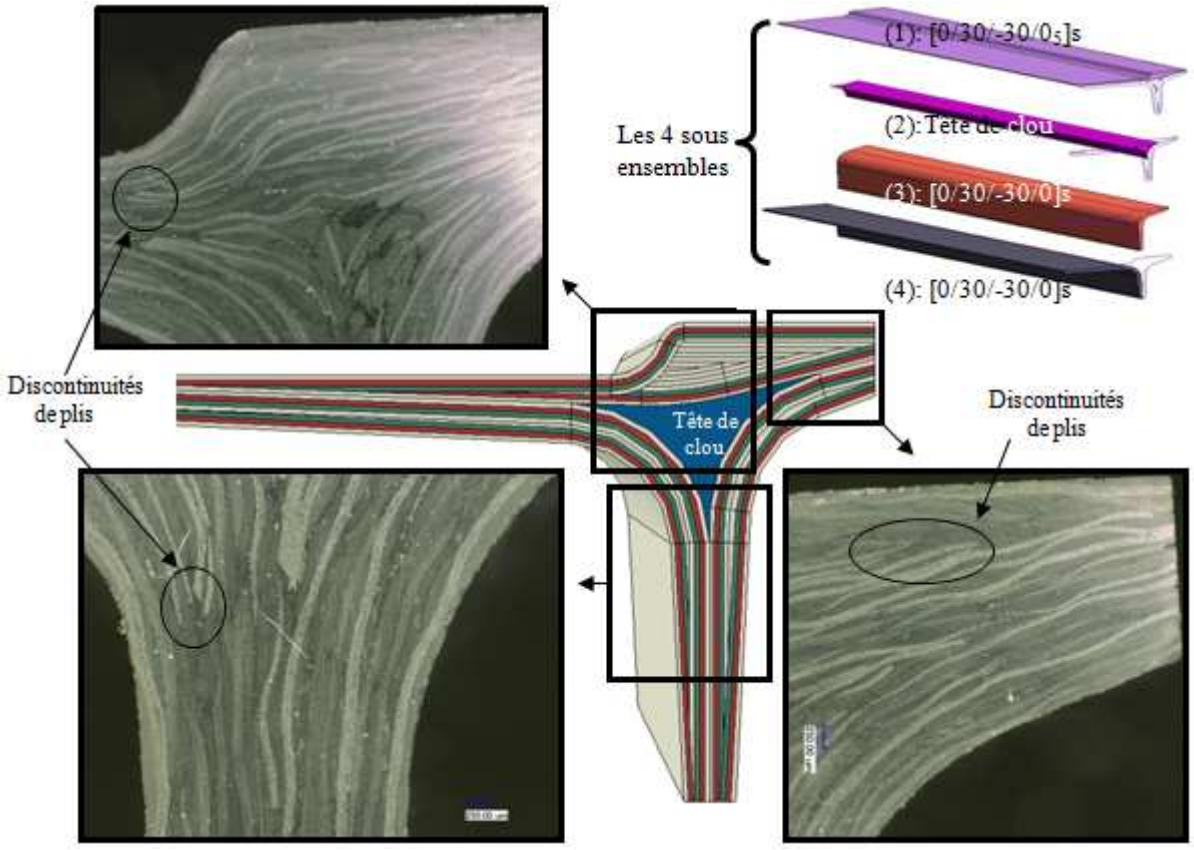


Figure X. 6. Mésostructure de la multiconsolidation et modèle géométrique multicouche correspondant : en couleur claire les plis à 0°, en rouge les plis à 30° et en vert ceux à -30° ; les séquences d'empilement des différents sous ensembles sont données dans la section de plus grande épaisseur de chacun.

Concernant le maillage de cette pièce illustré à la figure X.7, le même type d'élément (C3D8) que pour l'oméga a été utilisé, à la différence que la multiconsolidation ne permet pas de maillage structuré. Dans la perspective d'introduire notre critère de délaminage entre les plis, le maillage est raffiné avec un pas de 50µm (1/6ème de l'épaisseur du pli) dans la direction de la largeur, c'est-à-dire perpendiculaire au plan de la tête de clou. La structure étant de petite dimension, la modélisation de sa totalité à l'échelle du pli ainsi que le raffinement dans la direction d'application du critère nous donne un maillage de taille raisonnable.

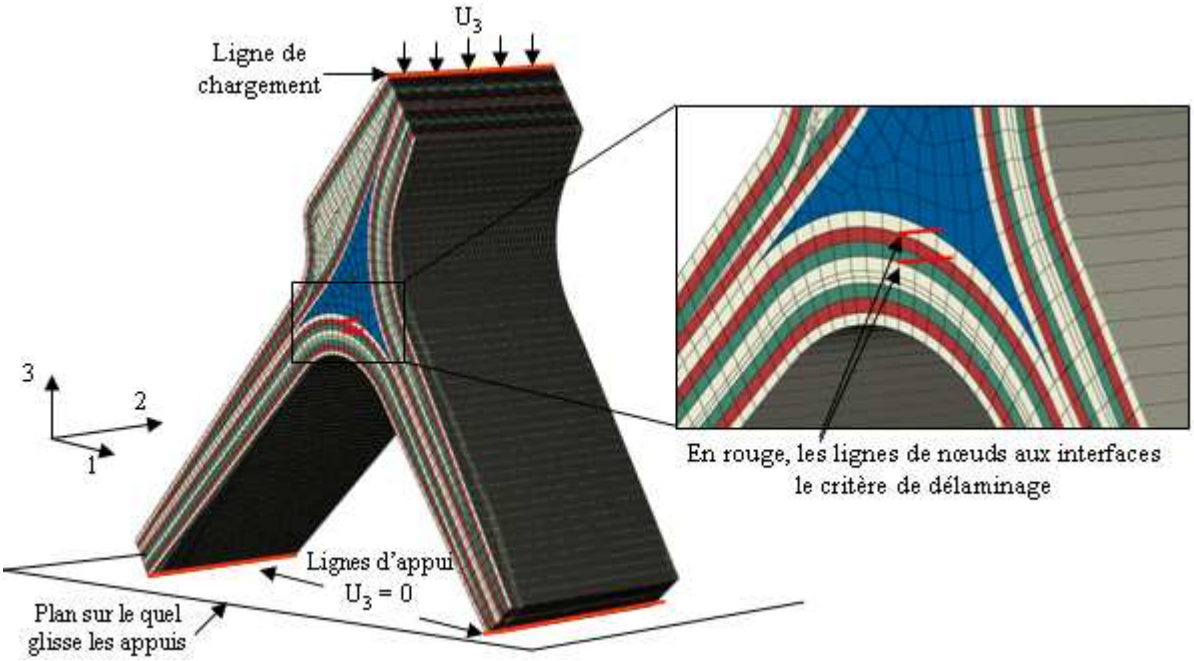


Figure X. 7. Maillage de la structure multi consolidation et conditions aux limites appliquées sur la pièce.

X.3.2 Calculs et analyses

La première étape des calculs (élastiques et avec l'hypothèse des petits déplacements) consistait à trouver un mode sollicitation qui mettrait fortement à contribution les interfaces entre les sous-ensembles. L'essai le plus simple qui nous est venu à l'esprit et qui permettait de solliciter simultanément la majorité de ces interfaces est illustré par les conditions aux limites de la figure X.7. Un déplacement vertical à 1mm/min est appliqué sur la ligne de chargement tandis que le ce même déplacement vertical est bloqué sur les lignes qui servent d'appuis et qui sont alors contraintes de glisser sur un plan horizontal. Une analyse rapide du champ de contraintes (les composantes antiplanes en particulier) permet d'identifier la zone critique (figure X.8) où l'endommagement (notamment le délaminage) est susceptible de s'amorcer. Aux interfaces entre les plis dans cette région, des lignes de nœuds (en rouge sur la figure X.7) le long desquelles sera appliqué le critère de délaminage sont crées. Le long de ces lignes de nœuds, sont stockées en chaque nœud et après chaque incrément ses coordonnées ainsi que les trois composantes antiplanes du tenseur de contraintes nécessaires au calcul du critère de délaminage. Ces composantes sont toujours exprimées dans un repère local (x,y,z) tel que la direction z soit normale à l'interface. Ensuite, comme lors de l'identification et de la validation de ce critère, les valeurs stockées le long de ces lignes de nœuds sont post-traitées pour calculer la valeur du critère selon que l'interface soit en compression (prise en compte des frottements) ou pas. Dans le cas présent, l'analyse de la composante normale antiplane (σ_{ZZ}) sur la figure X.8 montre qu'elle est positive, ce qui nous affranchit des effets du frottement. Les résultats numériques des calculs sont illustrés sur la figure X.9.

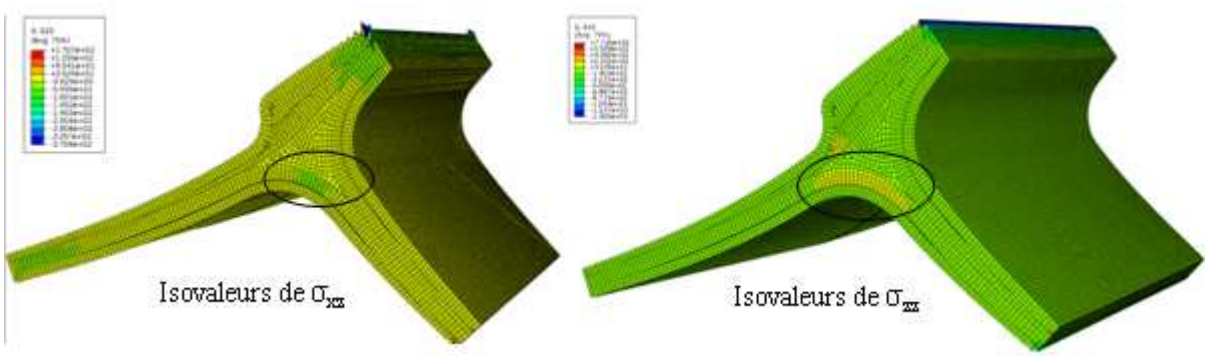


Figure X. 8. Isovaleurs des contraintes locales antiplanes de cisaillement transverse (à gauche) et normale à droite ; mise en évidence de la zone critique (encerclée) à investiguer.

Sur la figure X.9, la comparaison des courbes numériques et expérimentales des efforts permet de constater un très bon accord des portions élastiques, ce qui est plutôt rassurant et confirme l'efficacité des modèles multicouches pour se rapprocher du comportement réels des structures. On remarque aussi que le comportement expérimental n'est pas parfaitement linéaire jusqu'à la fin de la sollicitation. Cela est dû en partie à la modification des conditions aux limites au cours du chargement. En effet, nous avons noté en fin d'essai un écrasement des lignes d'appuis de l'éprouvette, d'où cette perte de rigidité de la courbe expérimentale par rapport à la numérique en fin d'essai. Quant à notre critère de délaminage dont la valeur aux différentes interfaces en fonction du déplacement imposé est illustrée à droite sur la figure X.9, il prédit que le délaminage devrait s'amorcer (valeur du critère =1) presque simultanément aux trois interfaces et ceci pour un déplacement vertical (U_3) imposé de 1mm. Il ne nous reste plus qu'à vérifier expérimentalement ces prévisions.

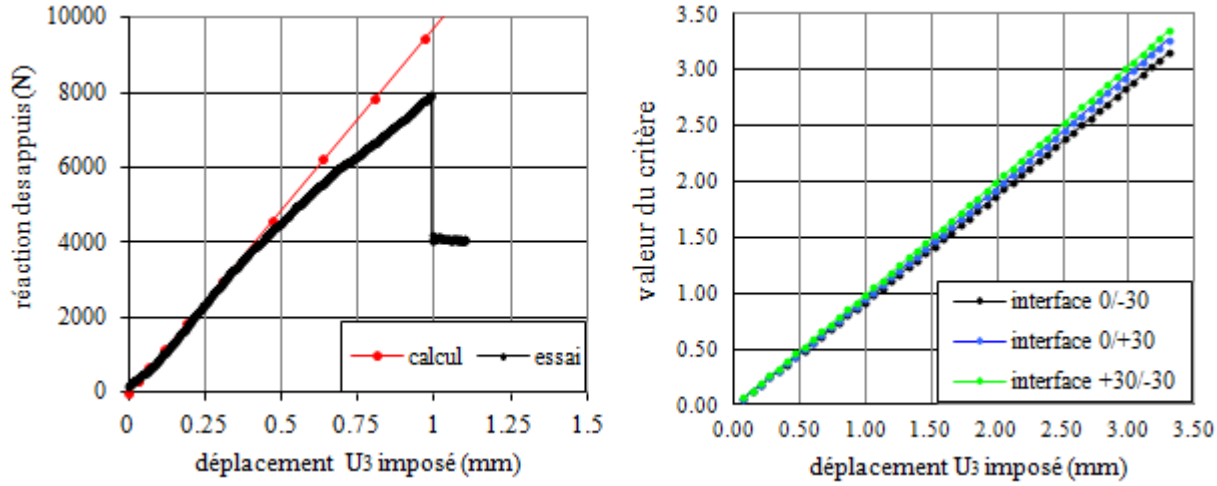


Figure X. 9. A gauche courbes comparées calculs-essai des efforts en fonction du déplacement imposé ; à droite évolution de la valeur du critère aux différentes interfaces en fonction du déplacement imposé.

X.3.3 Essai expérimental et comparaison avec les calculs

Le dispositif expérimental de l'essai précédemment simulé est illustré à la figure X.10. Il consiste à solliciter la pièce en compression quasi-statique entre deux plateaux avec une rampe de 1mm/min imposé au plateau de compression supérieur qui est mobile. L'essai est arrêté lorsque le déplacement imposé à ce dernier est de 1mm exactement afin de vérifier les prédictions du critère de délaminage. Une cellule de charge permet de mesurer la force appliquée et une caméra permet de balayer la surface libre de la pièce qui a été préalablement polie. Des images sont faites avant toute sollicitation (voir figure X.6) et après un déplacement vertical du plateau de 1mm exactement (figure X.10).

La courbe expérimentale des efforts représentée à la figure X.9 et comparée à la courbe numérique a déjà été commentée précédemment. Elle nous montre en plus qu'à 1mm de déplacement vertical, nous sommes quasiment à la rupture de la pièce. Quant aux images de la mésostructure à 1mm de déplacement illustrées à la figure X.10, on constate effectivement des délaminages bien ouverts comme le prédisait le critère. Les images nous montrent également que ces délaminages ne se produisent pas aux interfaces entre les sous-ensembles, mais interviennent entre les plis au sein du sous-ensemble numéro 4. Cela montre que les interfaces entre les différents blocs n'ont pas des propriétés particulièrement plus faibles que des interfaces normales entre les plis. Ceci traduit une bonne maîtrise du procédé de consolidations multiples.

Par ailleurs, on peut aussi remarquer qu'on a du délaminage dans la tête de clou dû au fait que cette dernière résulte d'un mélange de matrice et de plis tissés que nous n'avons pas modélisé. En effet, le fait d'introduire des plis dans la tête de clou facilite certes la mise en forme de la pièce, mais génère une anisotropie qui peut être préjudiciable à la pièce sous certaines sollicitations. Une tête de clou isotrope présente cet avantage de ne pas avoir des directions privilégiées. Avec ce deuxième exemple, nous avons une fois de plus démontré l'efficacité des modèles mésoscopiques et montré que le critère de délaminage peut très bien s'appliquer avec succès à des structures réelles. Ce critère a encore été appliqué à une pièce plus conséquente, à savoir la chape d'articulation que nous étudions plus loin.

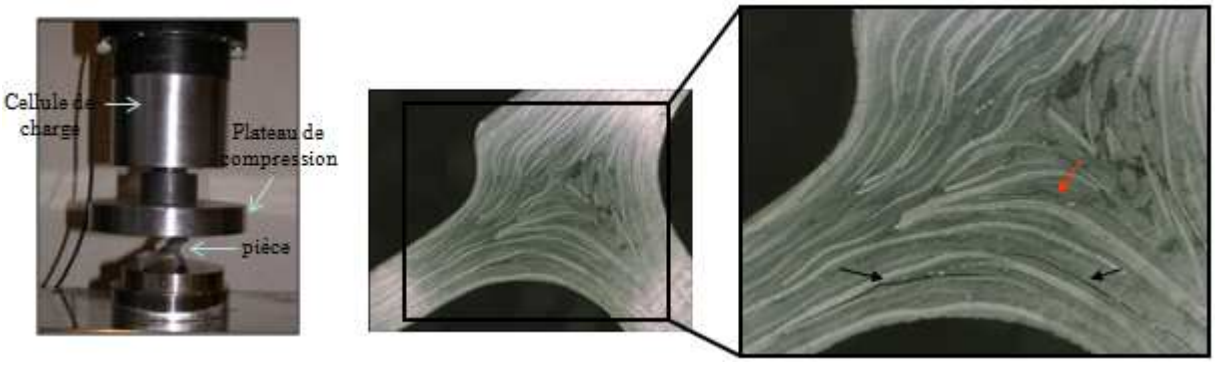


Figure X. 10. Dispositif expérimental et état de la mésostructure de la pièce à 1mm de déplacement vertical ; les flèches indiquent des délaminages ; la flèche en rouge indique un délaminage/fissure dans la tête de clou.

X.4 Cas du coin de malle/valise

X.4.1 Présentation de la pièce et objectifs de l'étude

Avec la structure oméga, nous avons illustré surtout la technique de modélisation à l'échelle du pli et validé le comportement mécanique du pli élémentaire de notre matériau. Avec la multiconsolidation nous sommes allés un peu plus loin en introduisant en plus notre critère de délaminage. Avec cette troisième géométrie, nous voulons poser la problématique de la prise en compte dans les calculs de l'impact du procédé lors du moulage des formes complexes 3D telles que les coins de malle. En effet, comme nous l'avons évoqué au chapitre IV, le moulage de telles formes entraine des cisaillements importants des plis du fait de leur difficulté à épouser ces formes. Il s'en suit alors des rotations importantes des mèches les unes par rapport aux autres et après consolidation, les mèches de trame et de chaine ne forment plus un angle de 90°, mais un angle plus petit suivant le taux de cisaillement subi. Il serait alors erroné de calculer une pièce contenant de telles formes avec les propriétés élémentaires mesurées sur des éprouvettes classiques où les mèches sont bien alignées et perpendiculaires. L'objectif de cette partie est donc de se servir de l'exemple du coin de malle pour proposer une méthode permettant de prendre en compte ces effets de la mise en forme.

La figure X.11 illustre le cas d'un coin de valise en carbone/PEEK satin 5 où on peut voir des désalignements importants de mèches dus au cisaillement dans le coin. Sur la même figure, on peut également voir sur la droite une image du même coin de valise issue de la simulation du procédé de mise en forme de la même cuvette et réalisé par le LAMCOS de l'INSA de Lyon (cf. chapitre I). Ces simulations mettent bien en évidence les cisaillements importants qui se produisent dans les coins et nous fournissent une information très importante pour la suite, à savoir l'angle de cisaillement θ (shear angle) des plis qui permet de remonter à l'angle final α entre les mèches (figure X.12).

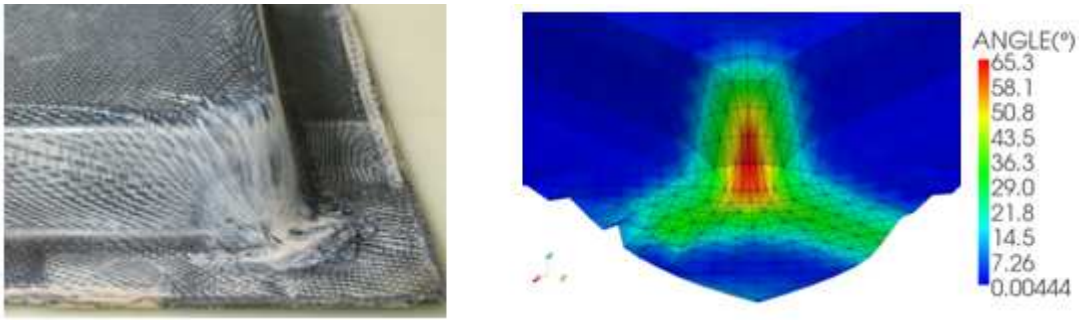


Figure X. 11. A droite, coin de valise obtenu au moulage par compression de 7 plis à 0° en peek_P_satin ; à gauche, isovaleurs des angles de cisaillement (shear angle) obtenues par simulation du moulage de cette cuvette.

Par ailleurs, si les simulations du procédé nous fournissent l'angle final entre les mèches, elles ne nous donnent pas leurs positions exactes. Deux hypothèses que nous résumons à la figure X.12 sont alors possibles : la première consiste à supposer que l'une des deux mèches tourne dans le plan autour de l'autre qui reste fixe. La seconde hypothèse suppose que les deux mèches tournent simultanément au cours du cisaillement si bien qu'à la fin, elles sont symétriques par rapport à l'axe 1. La seconde hypothèse parait plus réaliste car il est bien difficile d'imaginer que seule une des deux mèches d'un prepreg chaud et cisaillé sera en mouvement. Cette deuxième hypothèse est celle que nous avons adoptée pour la suite. Une description détaillée de la procédure utilisée par le LAMCOS pour simuler le procédé de moulage des cuvettes est disponible dans les travaux de Wang et al. [Wang et al. 2013].

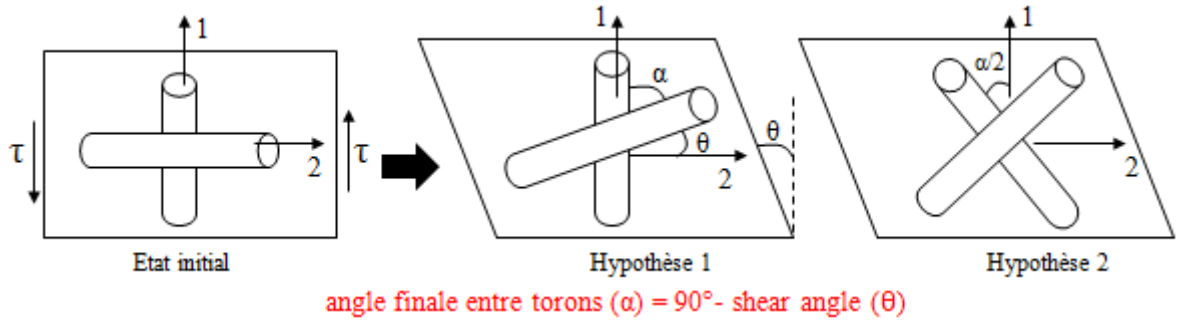


Figure X. 12. Les deux hypothèses sur la disposition des mèches après cisaillement dans le coin de malle.

X.4.2 Modélisation du matériau du coin de valise

Pour modéliser le matériau dans la zone du coin de valise, l'idéal aurait été de faire un calcul d'homogénéisation du type réalisé au chapitre VIII, mais avec les mèches faisant un angle entre eux égal à α déduit des simulations. Si on se réfère aux valeurs des angles de cisaillement de la figure X.11, on constate qu'on atteint des angles α entre les mèches de l'ordre de 35°. Réaliser un VER avec des mèches faisant un tel angle entre eux est extrêmement complexe car atteindre de tels angles dans la réalité impliquent des foisonnements très importants de mèches qui seront très déformées et collées les unes aux autres. Or, comme nous l'avons évoqué au chapitre VIII, réaliser un VER numérique en y introduisant de la matrice entre les mèches exige que ces dernières ne se touchent pas. Dans le cas contraire, il faudrait réaliser un VER avec des conditions de contact entre les mèches, ce qui serait extrêmement lourd à calculer. Ainsi, nous avons choisi une approche plus pragmatique qui peut paraitre un peu grossière mais, qui apparait finalement comme un bon compromis entre temps de calcul et précision. Cette approche est le modèle de Halpin [Berthelot, 2005] illustré à la figure X.13 et qui considère un pli tissu comme la superposition de deux plis UD.

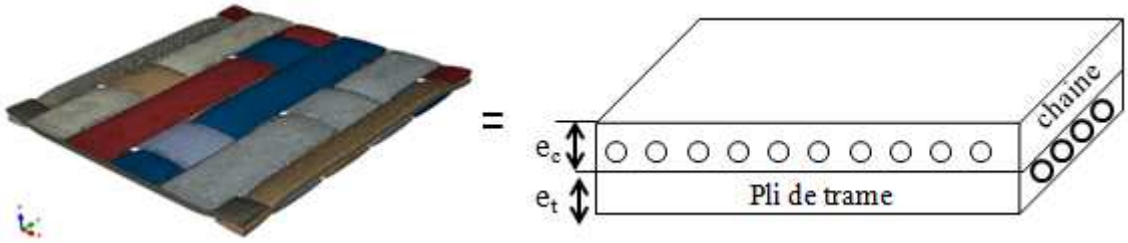


Figure X. 13. Illustration du modèle de Halpin ; e_c et e_t son les épaisseurs virtuelles des plis chaine et trame.

Sur la figure X.13, e_c et e_t sont des épaisseurs virtuelles des plis UD formés uniquement de mèches de chaine ou de trame, et qui sont proportionnelles aux taux volumiques de fibres dans chaque direction. Puisque notre tissu est équilibré dans les directions chaine et trame, e_c et e_t sont égales. Ainsi, connaissant l'angle α entre les mèches de chaine et de trame et en considérant l'hypothèse 2 de la figure X.12 que nous avons adoptée, on peut appliquer la théorie des stratifiés à deux plis

d'orientations + α/2 et – α/2 et en déduire le comportement mécanique du tissu équivalent dans le repère global (1, 2,3).

Pour réaliser ce calcul, nous divisons le coin de valise en deux régions (a) très cisaillée et (b) peu cisaillée comme le montre la figure X.14. Des tranches prélevées dans ces deux zones permettent d'obtenir des taux volumiques moyens de fibres (φ_f) de 66% pour la zone (a) et 54% pour la zone (b). Cela semble logique car plus on cisaille, plus on resserre les fibres/mèches et donc on densifie le matériau. En se basant sur les simulations (figures X.11), on peut dire que les angles entre les mèches dans les zones (a) et (b) valent respectivement 35° et 60°. Finalement, le matériau de la région (a) peut être considéré comme un empilement de deux plis UD à 66% de taux de fibres chacune, d'épaisseurs identiques et d'orientations +18° et -18° dans le repère (1, 2, 3). De même pour la zone (b), le taux de fibres est de 54% et les orientations des plis sont de +30° et -30°. Les propriétés de chaque pli UD sont calculées à l'aide des formules d'homogénéisation exactement comme au chapitre VIII en se servant des propriétés des constituants. L'application par la suite de la théorie classique des stratifiés nous donne alors les propriétés équivalentes du tissu dans chacune des zones (a) et (b). L'ensemble de ces calculs sont résumés dans le tableau X.1.

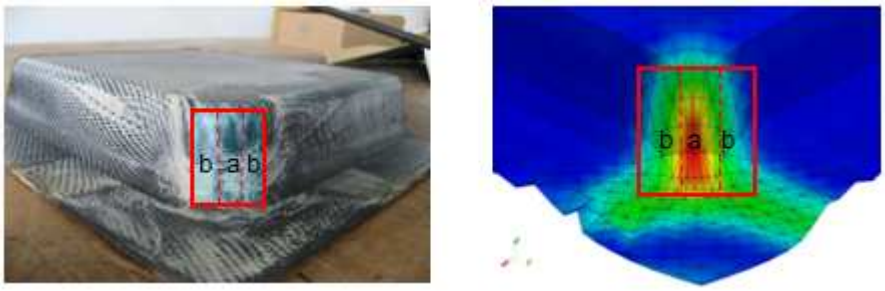


Figure X. 14. Les différentes zones du coin de malle pour la modélisation du matériau.

Propriétés → / ↓ Matériaux	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
Matrice PEEK	3,8	3,8	3,8	1,4	1,4	1,4	0,4	0.40	0.40
Fibres de carbone HR	240	28	28	24	24	10,7	0,3	0,3	0,4
Plis UD à φf =0,66 (zone (a))	159,76	13,42	13,42	5,47	5,47	5,03	0,33	0,33	0,33
Plis UD à φf =0,54 (zone (b))	131,44	10,75	10,75	4,06	4,06	3,75	0,35	0 ,35	0,43
Stratifié UD ±18° (zone (a))	115,86	13,09	13,42	17,89	5,42	5,07	1,11	0 ,33	0, 33
Stratifié UD ± 30° (zone (b))	43,31	10,23	10,75	26,53	3,98	3,83	1,39	0,35	0,43

Tableau X.1. Résumé des propriétés mécaniques des zones (a) et (b) du coin de malle calculés à partir des propriétés des constituants, des formules d'homogénéisation des composites UD et de la théorie des stratifiés ; les valeurs en rouge ne sont pas tirées de la théorie des stratifiés.

Dans le tableau X.1, la théorie des stratifiés ne permet pas de déterminer toutes les propriétés du pli tissé équivalent. C'est le cas du module de traction dans l'épaisseur (E_3) et des coefficients Poisson transverses (ν_{13} et ν_{23}) tous écrits en rouge dans le tableau. Dans la mesure où le taux de fibres reste identique quelque soit l'empilement et l'orientation, les propriétés dans l'épaisseur ne devraient pas beaucoup varier. Nous avons donc pris ces valeurs identiques à celles obtenues sur les plis UD par homogénéisation, ce d'autant plus que les propriétés dans l'épaisseur n'ont pas une influence majeure sur le comportement mécanique des stratifiés. Il est maintenant question de vérifier que les propriétés de ce tableau permettent bel et bien de rendre compte du comportement mécanique du coin de valise.

X.4.3 Simulations et validation expérimentale du comportement mécanique

Pour vérifier les hypothèses précédentes, il a fallu modéliser un essai mécanique sur le coin de valise. Devant la complexité de la forme, nous avons plutôt prélevé une éprouvette dans cette dernière contenant les zones (a) et (b) identifiées précédemment. Le prélèvement de l'éprouvette qui fait environ 30mm de largeur est illustré à la figure X.15 ainsi que les conditions aux limites utilisées pour la tester. Le mode de sollicitation est à peu près identique à celui de la multiconsolidation. On peut néanmoins remarquer que la face d'appui du plateau de compression est légèrement oblique. Cela est nécessaire afin d'épouser la forme de l'éprouvette car comme on peut le constater sur la figure X.1 en début de ce chapitre, la pièce comporte une petite dépouille et ne forme pas un angle droit au niveau du coin. Cette éprouvette sera modélisée avec trois matériaux (zone (a), zone (b) et zone saine) dont les propriétés sont données au tableau X.1 pour les zones (a) et (b). Quant aux propriétés de la zone saine (non cisaillée), ce sont les mêmes que celles utilisées pour l'oméga et la multiconsolidation. Comme pour les précédentes pièces, le coin de valise est maillé à l'échelle mésoscopique avec des éléments de type C3D8. Enfin, trois simulations ont été réalisées pour être comparées à l'expérience : la première simulation que nous appelons calcul_1 a été réalisée en considérant que le coin de valise ne subissait aucun cisaillement lors du moulage. En d'autres termes, toute l'éprouvette a été modélisée avec le matériau de la zone saine. Dans la seconde simulation appelée calcul_2, nous considérons le cas des trois zones de la figure X.15 où nous avons un cisaillement de plus en plus important à mesure qu'on se rapproche du centre du coin de malle. Dans le troisième et dernier calcul appelé calcul_3, nous faisons fi de la zone b et considérons que le cisaillement dans tout le coin est homogène et est représenté uniquement par le matériau de la zone (a). Ce troisième calcul correspond au cas de cisaillement le plus sévère. L'ensemble des résultats expérimentaux et des calculs linéaires élastiques en petits déplacements sont résumés sur la figure X.16.

En analysant les résultats de la figure X.16, on remarque d'emblée le caractère non linéaire des courbes de charge expérimentales. Cette non linéarité n'est pas un effet du matériau (plasticité, viscosité) mais est plutôt due à une modification des conditions aux limites au cours de l'essai, contrairement aux simulations où le chargement reste identique jusqu'à la fin. Des photos du dispositif prises en cours d'essai (figure X.17) montrent bien comment la surface du plateau de compression n'est progressivement plus en appui sur la totalité de l'éprouvette. Nous allons donc nous intéresser qu'à la partie linéaire des courbes expérimentales, c'est-à-dire en tout début de ces dernières.

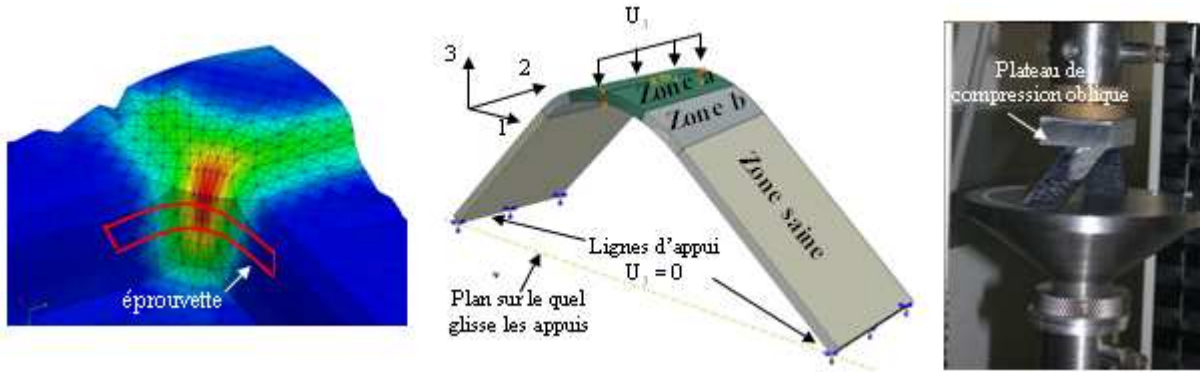


Figure X. 15. A gauche, prélèvement de l'éprouvette dans le coin de malle; au centre conditions aux limites pour les calculs ; à droite illustration du dispositif expérimental.

Lorsqu'on compare les courbes expérimentales et numériques de la figure X.16, le calcul_1 nous montre qu'on ferait une erreur très importante sur le calcul d'une telle pièce (ou d'une pièce contenant ce type de forme) si on faisait abstraction de l'effet du procédé dans les coins de valise. En effet, on peut constater que sa courbe est très éloignée de l'expérience. Par contre, en prenant en compte ces cisaillements induits par le procédé au niveau du coin (calcul_2 et calcul_3), on est nettement plus proche de la réalité et même quasiment identique à la réalité lorsqu'on considère un cisaillement unique et homogène dans tout le coin (calcul_3). Ces calculs nous montrent finalement qu'en couplant les données de la simulation du procédé à un modèle de Halpin à l'échelle du pli, il est possible d'approximer les propriétés réelles du matériau dans les zones fortement contraintes afin de les injecter ensuite dans les calculs de pièces. La méthode présentée ici bien que très basique est tout de même assez efficace pour une première approche. D'autres méthodes, notamment la détermination des propriétés par homogénéisation numérique ou encore des calculs de pièces à l'échelle mésoscopique en tenant compte du cisaillement local en chaque point, peuvent être envisagées. Cependant, il faudra s'attendre à des coûts en temps très importants, d'où le caractère pragmatique de la présente approche.

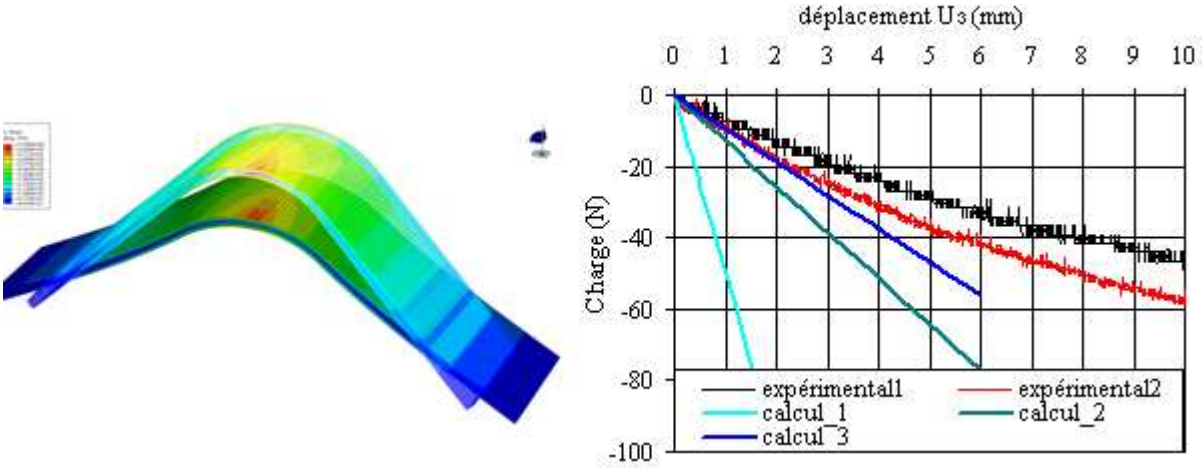


Figure X. 16. Déformée de l'éprouvette obtenue par simulation et comparaison des courbes de charge expérimentales et numériques.

Figure X. 17. Photographies de l'essai prises à deux instants t_1 et t_2 ($t_1 < t_2$) ; mise en évidence du changement du mode de sollicitation au cours de l'essai qui est source de non linéarités sur les courbes expérimentales.

X.5 Cas de la chape d'articulation

X.5.1 Présentation de la pièce

Des quatre structures étudiées dans ce chapitre, la chape est la seule qui est vraiment une pièce industrielle, les trois premières étant beaucoup plus des formes représentatives rencontrées couramment dans les différentes pièces composites. Comme nous l'avons mentionné à l'introduction de ce chapitre, cette pièce dont la version métallique (Aluminium) est représentée à la figure X.1 sert à relier la voilure au fuselage. Son interface d'utilisation est illustrée à la figure X.18 et elle constitue le lieu de transit d'efforts importants. Du point de vue de notre étude, cette pièce présente l'avantage d'être un condensé des principaux problèmes de concentrations de contraintes rencontrés sur les structures composites, à savoir les trous et les rayons. De plus, la version composite de cette chape est mise en œuvre par consolidations multiples (sur le même principe que la multiconsolidation précédente) de plusieurs sous-ensembles préconsolidés séparément. Cette pièce est donc un excellent résumé de tout ce que nous avons étudié précédemment.

Comme on le sait, l'objectif final en passant à une version composite de la pièce est de gagner en légèreté tout en assurant les mêmes fonctions que la version métallique. Mis à part les diamètres et les positions des trous qui sont imposés, il n'y a pas d'autres contraintes géométriques imposées. Ainsi, nous avons la liberté totale sur l'épaisseur de la pièce qui est la dimension la plus importante car elle est directement liée à sa masse finale. C'est donc l'épaisseur qu'il va falloir optimiser.

Réduire la masse d'une pièce consiste aussi à réduire les coefficients de sécurité qui restent très élevés (jusqu'à 6 dans certains cas) dans les structures composites. La réduction de ces coefficients réside surtout dans la capacité à pouvoir prédire avec précision le comportement de la pièce, ce que nous nous attèlerons à faire. Ce travail va s'effectuer en trois étapes : premièrement des calculs préliminaires sur la pièce métallique pour identifier les zones sensibles et les directions d'écoulement des efforts afin d'orienter de façon judicieuse les renforts ; ensuite, des calculs sur les équivalents en composites avec la séquence d'empilement choisie et pour différentes épaisseurs afin de choisir l'épaisseur la plus fine possible remplissant le cahier de charge ; enfin des calculs plus fins à l'échelle mésoscopique pour une analyse plus en profondeur du comportement de la pièce et la prédiction des dommages et notamment du délaminage. Ces trois étapes constituent la phase de prédimensionnement

qui a abouti à la fabrication d'un premier prototype. Suivant les résultats obtenus avec le prototype, des modifications du design de la pièce et des calculs supplémentaires seront à prévoir afin de l'optimiser. Ces boucles d'optimisation seront répétées autant de fois que nécessaires. Cependant dans ce chapitre, nous ne nous limiterons qu'à la phase de prédimensionnement du prototype car l'avancement du projet est pour l'instant rendu à cette étape là.

X.5.2 Calculs préliminaires sur la pièce métallique

La figure X.18 illustre les dimensions de la pièce en aluminium ainsi que l'interface de son utilisation. On peut déjà dire au vue des dimensions initiales que ce sera une pièce relativement épaisse pour un composite à matrice organique/polymère et qu'il faudra prendre beaucoup de précautions pour éviter les distortions/gauchissements dues aux contraintes résiduelles. Concernant son interface d'utilisation, la première version de cette chape est fixée sur la voilure au moyen de cinq vis en acier. Elle est sollicitée par un axe également en acier et passant dans la rotule d'une manille qui assure la jonction avec le fuselage. Le prédimensionnement de cette version métallique de la chape a été fait pour supporter des efforts (coefficients de sécurité inclus ~ 1.75) de Fx=0, Fy = 8849daN et Fz = 13160 daN. Ces efforts sont exprimés dans un repère (x,y,z) direct et orthogonal tel que la direction x est parallèle à l'axe en acier, la direction z est perpendiculaire à l'axe et fait un angle de 10,7° avec la verticale. Ce repère (x,y,z) peut encore être retrouvé en opérant les trois rotations d'Euler d'angles (10,7°, -100,7°, -90°) sur le repère (1,2,3) de la figure X.18.

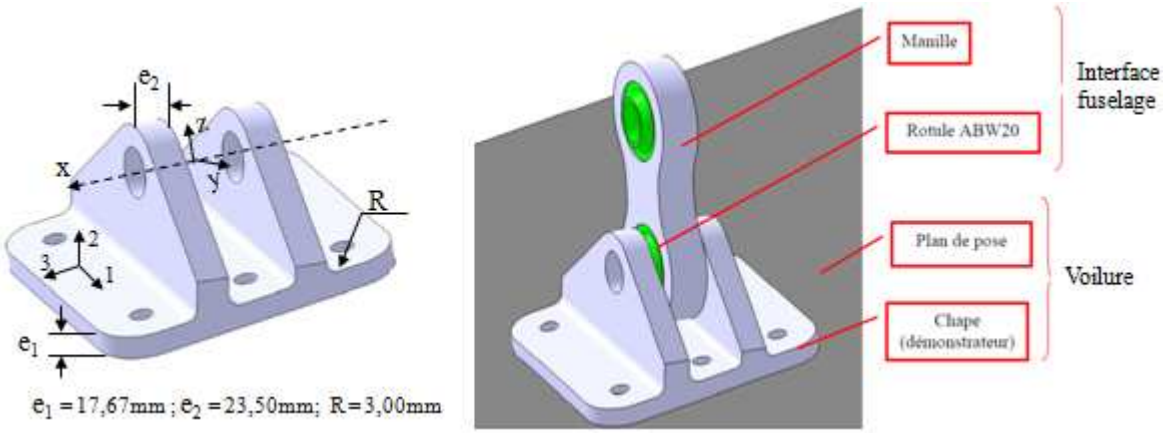


Figure X. 18. Définition de la version métallique (aluminium) de la chape prédimensionnée pour supporter des charges maximales (coefficients de sécurité inclus) de Fx=0, Fy = 8849daN et Fz = 13160 daN.

Pour les calculs, le maillage est illustré à la figure X.19. Les éléments utilisés sont solides cubiques de type C3D8. Pour faire simple dans ces premiers calculs, nous supposons une continuité parfaite aux interfaces chape/axe et chape/boulons, et nous ne modélisons ni la manille ni le plan de pose de la chape. Le fait de ne pas modéliser le plan de pose permet de se placer dans les conditions les plus défavorables pour la pièce, puisque la base de celle-ci n'est pas contrainte et est libre de se déformer. Afin de faciliter l'application de la force sur l'axe, nous imposons une contrainte cinématique entre le

point situé au centre de la rotule et la surface de l'axe saisie par cette dernière (en rouge sur la figure X.19). Cette contrainte cinématique les oblige à avoir un déplacement identique. Cela nous permet d'appliquer une force concentrée au point central de la rotule qui va se répartir de façon adéquate sur la surface qu'elle saisit sur l'axe. Les forces ultimes Fy et Fz précédentes sont donc appliquées à ce point central et les boulons sont encastrés sur leur face inférieure. Enfin, quant aux matériaux qui sont tous isotropes, nous prenons comme propriétés 210GPa de module d'Young, 0,3 de coefficient de Poisson et 1000MPa de limite élastique pour les éléments en acier (axe, boulons, rotule). Pour la chape en aluminium, ces propriétés valent respectivement 71GPa, 0,3 et 500MPa. Les résultats des calculs sont résumés sur la figure X.20.

On constate d'après les résultats de la figure X.20 que la contrainte équivalente de Von Mises maximale dans la chape en Aluminium vaut environ 300 MPa, soit un peu plus de la moitié de la limite élastique du matériau. Cette première observation nous confirme bel et bien que la pièce métallique est bien dimensionnée et ceci avec un facteur de sécurité global d'environ 3 (1,75 sur les charges appliquées multiplié par 1,7 sur l'écart par rapport à la limite élastique). On peut également remarquer que les bordures de trous (axe et boulons de fixation) sont les zones les plus affectées. On pouvait s'y attendre car ce sont les lieux de transit d'efforts importants et on y risque un écrasement ou du matage. Par ailleurs, l'analyse des flux des contraintes principales permet de constater que ceux ci ne présentent pas une orientation préférentielle autour des trous de fixation. Par contre, au niveau des trous de sollicitation (trous où passe l'axe), les flux sont très orientés et semblent tourner autour de ces trous. Cela suggère pour la future pièce composite de prévoir dans cette zone précise un taux important de fibres parallèles à la circonférence des trous. L'armure tissée dont le pli élémentaire possède des mèches dans les directions chaine et trame présentent d'emblée un petit avantage par rapport l'UD pour la réalisation de cette partie de la pièce.

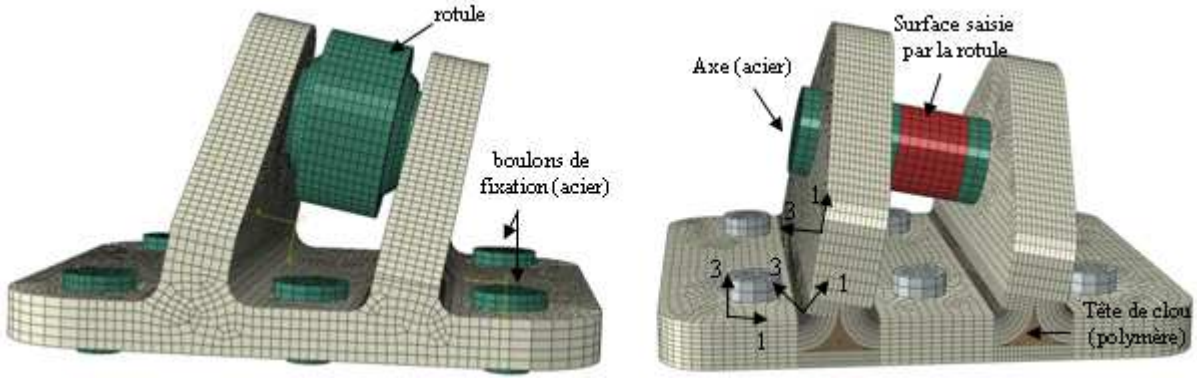


Figure X. 19. Maillage des chapes aluminium à gauche et composite à droite ; la zone rouge représente la surface saisie sur l'axe par la rotule et on peut remarquer la présence de la tête de clou sur la version composite.

Au terme de ces calculs préliminaires sur la pièce métallique, nous pouvons conclure qu'elle est bien dimensionnée et peut servir de base pour le prédimensionnement de son équivalent composite. Ainsi, les dimensions de la pièce données à la figure X.18 seront prises comme point de départ.

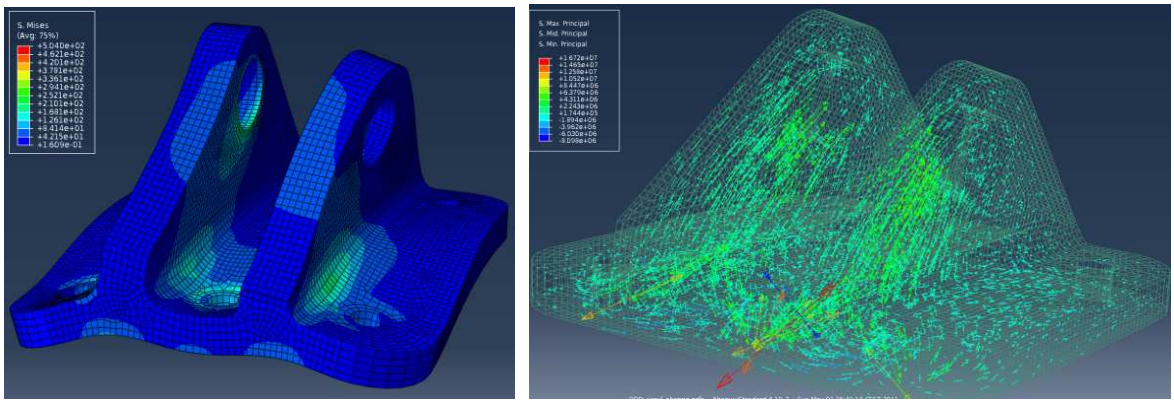


Figure X. 20. Résultats des calculs de la chape en Aluminium : à gauche, isovaleurs de la contrainte généralisée de Von Mises ; à droite, flux des contraintes principales.

X.5.3 Calculs de prédimensionnement de la chape composite

Dans cette partie, il est question de trouver les dimensions (épaisseur surtout) minimales permettant d'assumer la même tenue en charge que la pièce métallique. Je précise qu'aucune condition d'isorigidité en sollicitation avec la pièce métallique ne nous est imposée. L'essentiel pour l'instant c'est la tenue en charge. Pour ces calculs de prédimensionnement, nous partons du design de la pièce aluminium à une légère modification près. En effet, même si les calculs sur la pièce métallique nous montrent que c'est la moitié de la chape à trois trous de fixation qui travaille le plus, nous avons ajouté sur le design composite un sixième boulon de fixation (cf. figure X.19). Le but est de parer à toute éventualité et assurer une meilleure fixation sur la voilure. Les conditions aux limites quant à elles restent exactement les mêmes que lors des calculs précédents sur la chape métallique.

En ce qui concerne le maillage de la chape composite illustré à droite sur la figure X.19, la structure en feuille des plis élémentaires utilisés pour la fabrication de cette dernière impose la présence de la tête de clou qu'on retrouvait déjà sur la multiconsolidation. Pour l'instant, nous ne modéliserons pas la pièce à l'échelle du pli. En effet, celle-ci est très épaisse (par exemple 23,50mm d'épaisseur ~ 78 plis de 300µm) et tenir compte de chaque pli demanderait un temps de mise en données et de calcul excessifs. De plus, cela n'est pas vraiment nécessaire puisque nous sommes encore dans une phase de prédimensionnement un peu grossier. Les modèles à l'échelle méso nous seront beaucoup plus utiles lors des analyses fines de l'endommagement et pour les calculs en vue d'optimiser la pièce. Après le maillage il faut maintenant affecter le matériau composite au modèle géométrique.

Nous avons choisi comme empilement de base un quasi-isotrope de type [0/45/-45/90]ns qu'on retrouve dans la plupart des applications aéronautiques. Le modèle étant pour l'instant à l'échelle macroscopique, nous opérons une homogénéisation de cet empilement à l'aide de la théorie des stratifiés et par la méthode numérique en utilisant les propriétés du pli élémentaire du carbone/PEEK satin 5. Nous obtenons les propriétés homogénéisées résumées au tableau X.2. Ces propriétés sont appliquées en chaque point du modèle géométrique de la chape composite dans un repère local (1,2,3)

tel que la direction 3 est toujours perpendiculaire à l'épaisseur comme l'illustre la figure X.19. Enfin, les calculs ont été effectués sur trois pièces aux épaisseurs différentes :

	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	E_3 (GPa)	G_{12} (GPa)	G_{13} (GPa)	G_{23} (GPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
Pli élémentaire	57,64	57,10	8,33	4,55	1,51	1,51	0 ,05	0,40	0,40
Stratifié [0/45/-45/90]s	41,66	41,66	8,33	15,56	1,51	1,51	0,31	0,22	0,22

Tableau X.2. Propriétés du pli élémentaire du peek_P_satin et homogénéisées du stratifié [0/+45/-45/90]s

La première pièce a exactement les mêmes dimensions que la chape métallique qui sont données à la figure X.18. Avec cette première pièce on remplace juste le métal par le composite en gardant les mêmes dimensions. Si ces dimensions venaient à être retenues, on gagnerait déjà au minimum près de 50% en masse (à volume égal, le gain de masse est égal au rapport entre les masse volumique du composite ~1,5 et celle de l'aluminium ~2,7). Les dimensions de la seconde pièce valent e_1=13,92mm, e_2=18,56mm et R=5,50mm, et celles de la troisième pièce sont égales à e_1=12,75mm, e_2=16,24mm et R=6,66mm. Ces épaisseurs ont été fixées en tenant compte de l'épaisseur moyenne du pli (300µm) et de façon à assurer un nombre de plis permettant un empilement de type quasi-isotrope symétrique. Par ailleurs, il faut préciser que l'augmentation des rayons est juste une conséquence de la diminution des épaisseurs.

La figure X.21 illustre en guise d'exemple de résultats les isovaleurs du critère de Tsai-Hill (cf. chapitre VI pour son expression) obtenus sur la pièce composite ayant exactement les mêmes dimensions que la pièce métallique. Pour le calcul de ce critère (calcul effectué dans le plan des plis), on a besoin des résistances en traction Xt et Yt du stratifié (et non du pli) dans les deux directions principales du plan, ainsi que de sa résistance S_{12} au cisaillement plan. De plus, pour se placer dans le cas le plus défavorable possible, nous prendrons en compte les résistances du pli élémentaire impactées des conditions sévères (essai à 120°C après VH). Pour évaluer les valeurs de Xt et Yt (Xt = Yt car stratifié quasi-isotrope), nous appliquons la formule (III-28) du chapitre III sachant que la séquence quasi-isotrope contient 25% de plis dans chacune des quatre directions 0°, +45°, -45° et 90°. On aboutit à la valeur Xt = Yt = 484MPa. Quant à la valeur de la résistance en cisaillement plan S_{12} du stratifié quasi-isotrope, on peut l'estimer à environ la moitié Xt c'est-à-dire 242 MPa. En effet, on montre que la résistance au cisaillement plan est égale à la moitié de la résistance en traction de l'éprouvette orientée à 45°. Or le stratifié étant quasi-isotrope, une traction à 45° sur ce dernier donnerait la même résistance que si elle était sollicitée à 0°, c'est à dire 484MPa. Enfin, la dispersion des résultats étant d'en moyenne 10% sur les mesures expérimentales, on retranche encore 10% sur les résistances précédentes pour ne considérer que les bornes inférieures de ces valeurs. Finalement, le critère de Tsai-Hill est calculé sur le stratifié quasi-isotrope homogénéisé avec les résistances Xt = Yt = 436MPa et S_{12} = 218MPa.

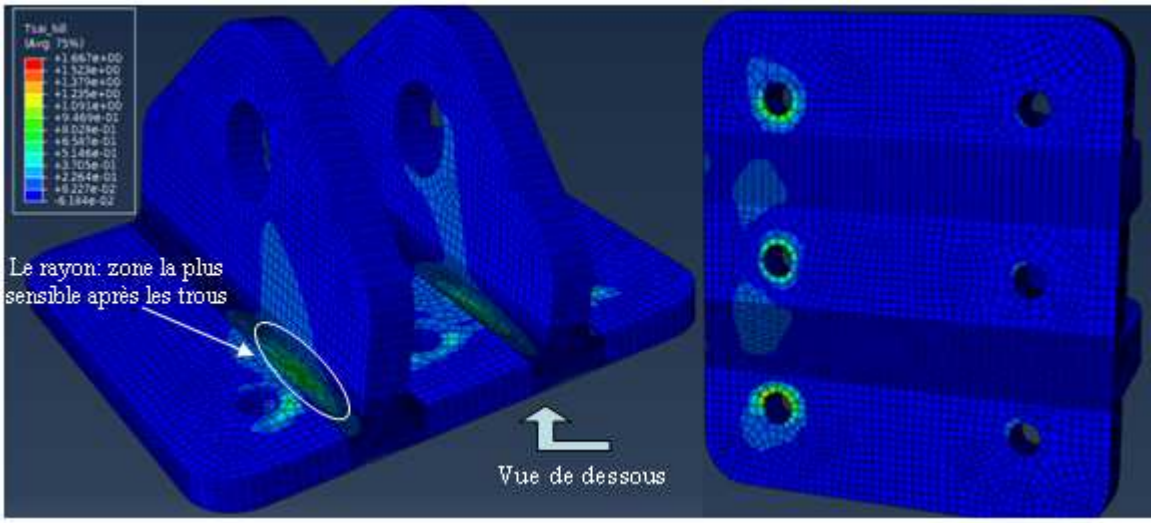


Figure X. 21. Isovaleurs du critère de Tsai-Hill sur la pièce composite N°1, de mêmes dimensions que la version métallique et constituée d'un stratifié quasi-isotrope homogénéisé.

L'analyse des contraintes locales mais surtout du critère de Tsai-Hill (figure X.21) sur les trois pièces composites aux épaisseurs différentes permet de constater en premier lieu qu'on a pas grand chose à craindre au niveau des trous de passage de l'axe de sollicitation, et ceci pour les trois pièces. En effet, les contraintes locales maximales en compression qui valent environ 115MPa au niveau de ces trous pour la pièce de plus faible épaisseur montrent qu'on demeure très loin des limites en matage (limite élastique des trous poinçonnés à chaud ~ 317MPa à l'état sain et ~189MPa dans les conditions sévères : cf. chapitre III) de ce matériau. Ensuite, au bord immédiat des trous de fixation sur la voilure, le critère de Tsai-Hill est quasiment atteint (valeur = 1) et ceci pour les trois épaisseurs calculées. Par contre, en dehors des bordures immédiates de ces trous de fixation, la valeur la plus élevée est atteinte dans les rayons qui apparaissent de loin comme les secondes zones les plus sensibles. Dans ces rayons, on passe d'une valeur du critère de 0,4 pour la pièce la plus épaisse à une valeur proche de 0,8 pour la moins épaisse.

En définitive, si on se cale sur la valeur du critère en bordure immédiate des trous de fixation, il faudrait même augmenter l'épaisseur de la pièce composite la plus épaisse afin d'être dans les normes. Cependant, augmenter toute l'épaisseur de la pièce uniquement pour résoudre un problème très localisé serait une aberration. Ainsi, les bordures immédiates des trous de fixation ne seront pas dimensionnantes pour notre pièce car des solutions locales (bossages, colliers…) pourront être apportées à ces endroits précis. En se basant sur la valeur du critère loin de ces trous de fixation, nous constatons que la pièce la moins épaisse est tout à fait apte pour remplir le cahier de charge. En effet, en se plaçant dans les conditions les plus défavorables possibles, on a une valeur du critère (0,8) qui laisse encore une marge de manœuvre, sans compter le fait que le critère de Tsai-Hill est assez conservatif. Un autre avantage de la pièce la moins épaisse qui a été adoptée comme premier prototype à fabriquer est le fait que la réduction de l'épaisseur augmente la valeur des rayons au niveau des têtes de clou. En effet, les calculs nous ont montré que cette augmentation des rayons permettait de moins

concentrer les contraintes dans ces zones et de réduire leur vulnérabilité face au délaminage qui est un phénomène très sensible aux effets de volume c'est-à-dire propice aux fortes épaisseurs. Ce premier prototype prédimensionné nous sert de base pour la suite de l'étude, qui consiste dans un premier temps à prédire les dommages susceptibles de se produire et plus particulièrement le délaminage, ensuite à valider tous ces calculs par des essais expérimentaux réalisés sur le prototype moulé.

X.5.4 Prédiction par calcul du délaminage du prototype

Pour l'application de notre critère de délaminage, nous avons besoin de modéliser la pièce à l'échelle du pli. Pour le faire, il faut déjà savoir comment elle est faite ainsi que les séquences d'empilement. Comme je l'ai évoqué un peu plus haut, la chape est fabriquée suivant un processus de consolidations multiples. La figure X.22 illustre les différents sous-ensembles (un U, deux L et une plaque) préformés qui seront assemblés lors d'une consolidation finale par compression à chaud pour obtenir la pièce finale. L'épaisseur des sous ensembles (1 ou L), (2 ou U) et (3 ou L) qui correspond à un stratifié de 28 plis ne permet pas une séquence quasi-isotrope parfaite comme celle utilisée pour les calculs de prédimensionnement la pièce composite. Nous avons choisi de privilégier les plis à 0° au sein de l'empilement tout en gardant le caractère symétrique du stratifié. On obtient alors pour ces trois sous-ensembles la stratification suivante $[[0/45/-45/90]_3/0/0]s$ donnée de l'extérieur vers l'intérieur de la chape. La théorie des stratifiés et l'homogénéisation numérique de cet empilement nous permettent d'obtenir les propriétés homogénéisées qui sont $E_1 \approx E_2 = 44{,}4$ GPa, $G_{12} = 14, 27$ GPa, $\nu_{12} = 0{,}27$, $\nu_{13} = \nu_{23} = 0{,}22$, $G_{13} = G_{23} = 14, 27$ GPa et $E_3 = 8{,}33$ GPa. On peut remarquer que les propriétés mécaniques de cette séquence n'est que très légèrement différente de celles du quasi-isotrope parfait résumées au tableau X.2. Concernant le sous ensemble (4), son épaisseur correspond à 16 plis et nous permet d'avoir un empilement quasi-isotrope symétrique parfait, c'est-à-dire $[0/45/-45/90]_{2S}$. Ses propriétés homogénéisées seront donc celles du tableau X.2.

Concernant le maillage, la pièce étant assez épaisse, il n'est pas possible de la modéliser en totalité à l'échelle du pli au risque de se retrouver avec un maillage trop lourd. Ainsi, la stratégie adoptée consiste à ne modéliser que la zone d'intérêt à l'échelle du pli et le reste à l'échelle macroscopique avec un matériau homogénéisé. Les deux régions (celle à l'échelle du pli et celle à l'échelle macroscopique) sont ensuite liées par une contrainte de contact ('Tie contact') qui permet de fusionner leurs maillages au niveau de leurs surfaces de contact. Cependant, il faut veiller à ce que ces conditions de contact ne modifient pas de façon significative le champ de contraintes au risque de fausser les calculs. Nos calculs n'ayant signalé aucune criticité au niveau des trous de la chape supportant l'axe en acier, la zone la plus intéressante que nous allons modéliser à l'échelle méso est celle contenant la tête de clou, les rayons, ainsi que les trous de fixation. Le modèle géométrique final du prototype est illustré à droite sur la figure X.22.

Le modèle géométrique et le matériau ayant été clairement définis, la prochaine étape consiste à préparer le maillage pour l'application du critère de délaminage. Mais avant cela, il est nécessaire d'identifier les endroits les plus vulnérables. En effet, s'il faut appliquer le critère à toutes les interfaces et à différents points d'une même interface, cela demanderait beaucoup trop de temps vu le

nombre de plis. Pour détecter les endroits précis à hauts risques, on applique exactement les mêmes conditions aux limites que lors du prédimensionnement sur notre nouveau modèle à l'échelle du pli. On analyse ensuite les contraintes locales, surtout les composantes antiplanes qui sont directement liées au délaminage.

La figure X.23 illustre l'exemple des isovaleurs de la contrainte antiplane de cisaillement transverse (σ_{13}) ainsi que son profil le long d'une ligne passant pas deux des extrémités de la tête de clou. On constate des concentrations et des gradients de contraintes très importants à l'approche des extrémités de la tête de clou, ce qui en fait des points de délaminage potentiel. On pouvait intuitivement s'attendre à ces résultats au regard de la forme anguleuse des extrémités de la tête de clou, du fort gradient de propriétés avec le reste de la chape, et de sa position à la jonction de plusieurs blocs aux comportements macroscopiques différents. Ce profil de contraintes montre également qu'aux extrémités des têtes de clou, les contraintes locales y sont très dépendantes de la finesse du maillage. Cela justifie une fois de plus l'importance d'un critère délaminage non local comme celui que nous préconisons.

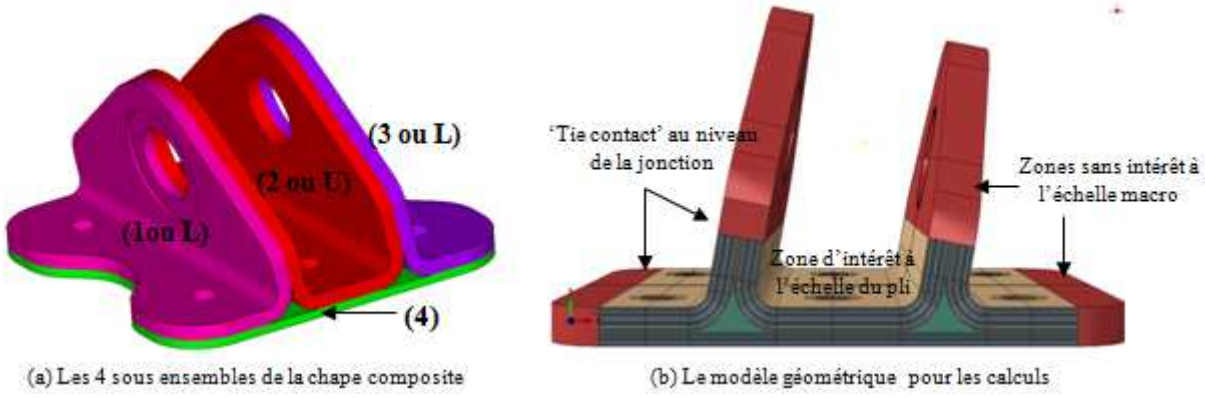


Figure X. 22. Les 4 sous ensembles de la chape composite (à gauche) et le modèle géométrique final pour les calculs du prototype et la prédiction du délaminage. En rouge les régions sans grand intérêt et calculées à l'échelle macroscopique avec les propriétés homogénéisé.

Par ailleurs, une donnée très importante pour la détection des zones à risques de délaminage est la valeur de la contrainte normale antiplane (σ_{33}) car elle permet d'identifier les interfaces les plus sollicitées en ouverture (mode 1). En effet, ce mode est le plus impactant sur la valeur du critère d'amorçage du délaminage puisque sa résistance (~26MPa) est environ deux fois plus faible que celle des modes de cisaillement 2 et 3 (~50MPa). En observant la carte des isovaleurs de la figure X.25, On constate que contrairement aux contraintes antiplanes de cisaillement (σ_{13} et σ_{23}), la composante normale antiplane n'est pas maximale au niveau des coins des têtes de clou. Elle l'est plutôt dans les rayons et particulièrement dans les régions proches des trous de fixation et qui sont encadrées en noir sur la figure X.25. Ainsi, même s'il est établi qu'on a de fortes concentrations de contraintes et des gradients importants au niveau des coins des têtes de clou, il est possible que des délaminages se produisent en premier à d'autres endroits plus chargés en mode 1 (en l'occurrence les rayons dans ce cas). La criticité des coins des têtes de clou est donc aussi liée au mode de chargement de la structure

qui les mettra plus ou moins à contribution par rapport aux rayons ou d'autres endroits de la pièce. Cette petite analyse préliminaire nous permet de nous focaliser uniquement sur les extrémités des têtes de clou et sur les interfaces interplis des rayons où σ_{33} est maximale. Il est donc question maintenant de mailler ces zones de façon appropriée pour pouvoir appliquer le critère de délaminage.

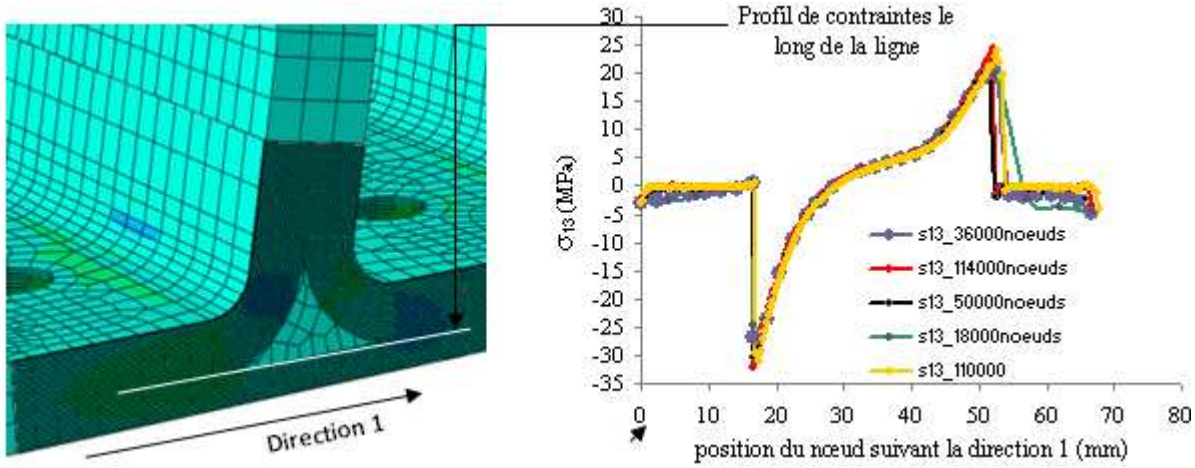


Figure X. 23. Profil de la contrainte de cisaillement transverse le long d'une ligne passant par les coins de la tête de clou pour différentes tailles du maillage ; les pics de contraintes correspondent aux coins de la tête de clou.

Le maillage final simplifié de tout le dispositif permettant de tester le prototype est illustré sur la figure X.24. Comme on peut le constater, nous modélisons cette fois le plan de fixation de la pièce sur la voilure par une plaque en acier très rigide, afin de se rapprocher au maximum des conditions réelles de l'essai qui sera effectué. De plus nous prenons en compte les contacts (contacts sans frottements) entre la chape et tous les éléments métalliques du dispositif (axe, boulons de fixation, plan de fixation). Pour l'application du critère de délaminage, il faut mailler très finement la pièce dans la direction suivant laquelle on souhaite l'appliquer. Puisque la distance critique du critère de délaminage est de l'ordre de l'épaisseur d'un pli (~300µm), il n'est pas nécessaire de mailler finement toute la chape dans la direction souhaitée. Nous maillons une distance d'environ 500µm avec un pas de 50µm comme pour tous les calculs précédents qui concernaient le délaminage. Ensuite, nous créons aux extrémités des têtes de clou (coins 1 à 6 figure X.23) et dans les rayons (rayons 1 à 4) des lignes de nœuds le long desquelles sont stockées les contraintes locales antiplanes et les coordonnées en chacun de ces nœuds. Ces données sont ensuite post-traitées pour le calcul du critère suivant la procédure décrite au chapitre VI.

Concernant la sollicitation, nous n'appliquons plus simultanément les forces Fy et Fz (x, y et z étant les directions du repère lié à avion) comme dans les calculs de prédimensionnement précédents. L'essai est piloté cette fois en déplacement avec une rampe de 0,5mm/min uniquement suivant l'axe z. Cette sollicitation correspond au dispositif de test disponible pour l'instant et est l'un des trois tests prévus par le cahier des charges, les deux autres essais prévoyant quant à eux des sollicitations suivant l'axe y seul, puis suivant y et z simultanément. Les isovaleurs de la contrainte normale antiplane (σ_{33})

ainsi que l'évolution du critère de délaminage dans les rayons et aux coins des têtes de clou en fonction de la charge appliquée sur l'axe sont représentées sur les figures X.25 et X.26.

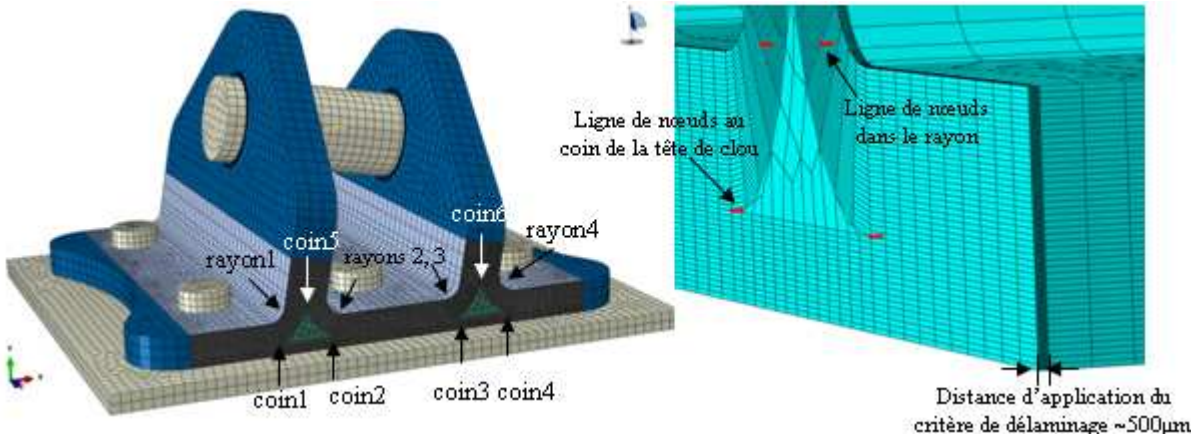


Figure X. 24. A droite, maillage du dispositif de test du prototype ; à gauche, zoom sur la zone très raffinée avec un pas de 50µm, et illustration des lignes de nœuds le long des quelles sera appliqué le critère de délaminage.

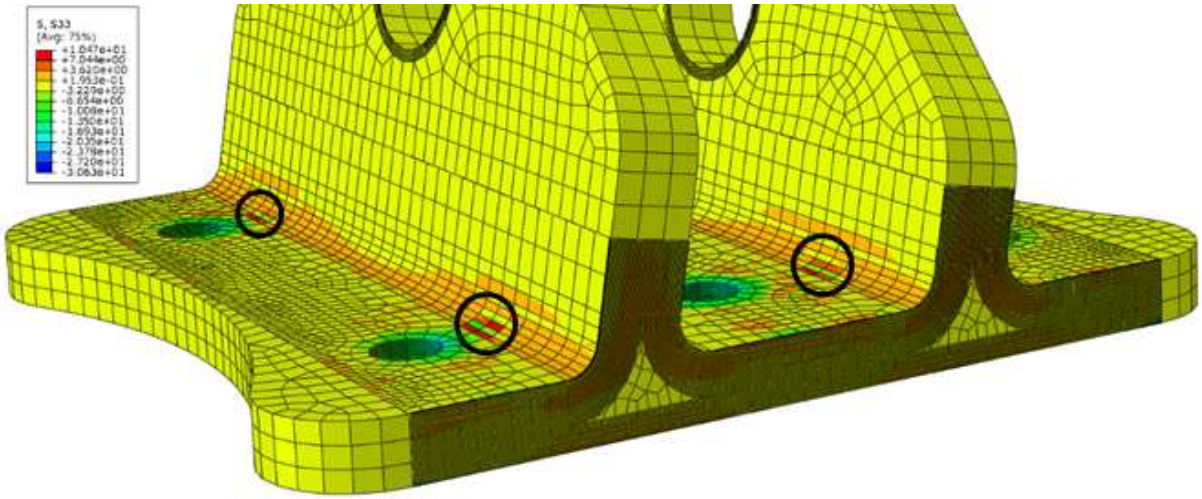


Figure X. 25. Isovaleurs de la contrainte normale antiplane σ_{33} correspondant à une charge de 1597daN ; sont encerclées les zones à valeurs maximales (8MPa-10MPa).

En ce qui concerne l'évolution du critère en fonction de la charge appliquée sur l'axe de sollicitation (figure X.26), on constate finalement que les rayons sont de loin plus sensibles au délaminage que les coins des têtes de clou. En effet, le critère est atteint (valeur = 1) à l'interface des plis dans les rayons pour une charge de 30 tonnes contre au moins 60 tonnes au niveau des extrémités des têtes de clou. Cela confirme que par rapport à ce chargement, ces extrémités ne sont pas les zones les plus critiques vis-à-vis du délaminage même si elles sont le siège de concentrations et de gradients de contraintes très importants. On peut aussi remarquer que ces niveaux de force nécessaire à l'amorçage du délaminage sont plutôt très élevés et se situent largement au delà des charges ultimes

préconisées par le cahier de charges (~19 tonnes), et même au delà des capacités des machines d'essai usuels (10 à 25 tonnes). Cela revient tout simplement à dire que tel que la pièce à été prédimensionnée, on n'est pas censé avoir un amorçage du délaminage en bordure libre de la pièce jusqu'à la charge ultime.

Par ailleurs, si on revient à la carte des isovaleurs de la figure X.25, on constate que le maximum des contraintes normales antiplanes se situe dans des zones (encerclées sur la figure) non prises en compte par le critère de délaminage car ne se trouvant pas aux bords libres de la pièce. Ces maximums locaux de σ_{33} dans ces zones se situent entre 8MPa et 10MPa et correspondent à une charge d'environ 1,6 tonne. Sachant que la résistance au délaminage en mode 1 se situe autour de 26 MPa, on peut à juste à titre suspecter l'amorçage des délaminages dans ces zones à environ cinq tonnes de charge, c'est-à-dire bien avant les 30 tonnes prévues par le critère. C'est là l'une des limites de notre critère qui ne peut s'appliquer aux interfaces qu'à partir du bord libre de l'éprouvette ou de la pièce. Il aurait fallu utiliser d'autres moyens d'observations tels que l'émission acoustique sur les zones éloignées des bords libres afin de détecter d'éventuels délaminages impossibles à prédire avec notre critère. Malheureusement nous n'avons pas eu le temps de les mettre en œuvre sur la pièce. Il nous reste maintenant à vérifier tous ces calculs expérimentalement.

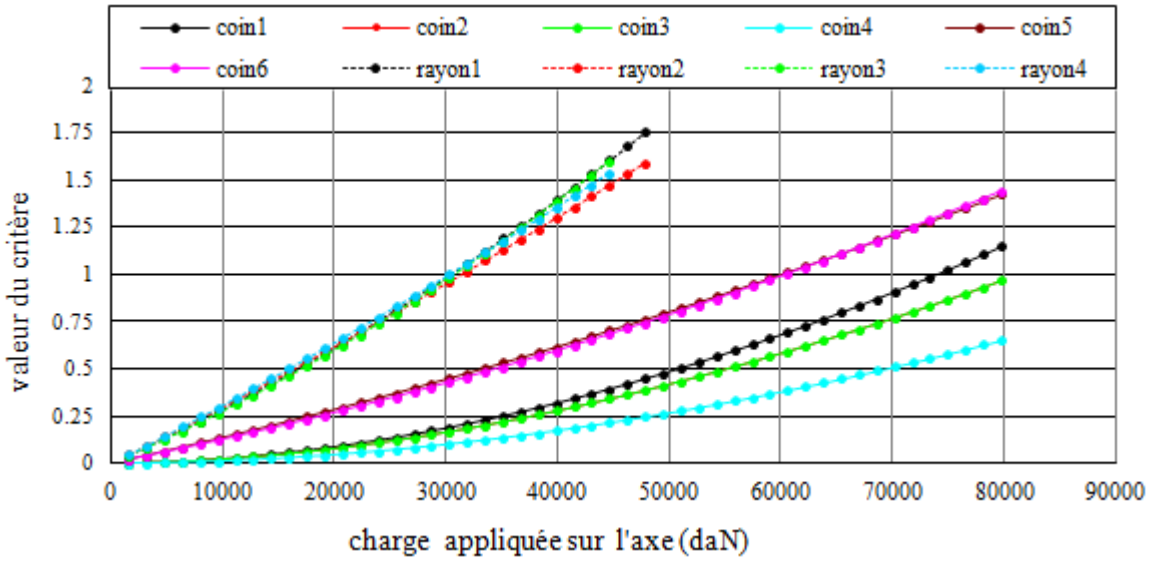


Figure X. 26. Evolution du critère de délaminage dans les rayons et aux extrémités des têtes de clou en fonction de la charge appliquée sur l'axe.

X.5.5 Validation expérimentale

A l'issue des calculs de prédimensionnement, un premier prototype a été fabriqué et est illustré à la figure X.27. Ce dernier présente un léger défaut, à savoir une légère courbure de la pièce vers l'intérieur du fait sans doute des contraintes résiduelles lors du refroidissement. Cette petite courbure a pour effet de rendre non plane la surface de fixation sur la voilure (sous ensemble 4) et de désaxer

légèrement les deux trous par lesquels passe l'axe de sollicitation. Ce problème de coaxialité de ces deux trous devrait se résoudre lorsqu'on va plaquer la base de la pièce le plan de la voilure, ce qui aura pour effet de la redresser. Cependant, le fait de forcer la base de la pièce à épouser un plan va générer des contraintes initiales dont il faut espérer qu'elles ne suffiront pas à elles seules à endommager la pièce. Des rosettes (systèmes de trois jauges de contraintes orientées à 0°,45° et 90°) collées aux endroits sensibles (fortement sollicités) permettront d'évaluer l'ampleur de ces précontraintes. Les positions de ces rosettes sont également illustrées sur la figure X.27 et sont repérées par les lettres A, B et C sur la pièce (figure X.28 (c)). Par ailleurs, un autre élément essentiel à noter c'est que les trous de passage de l'axe de sollicitation sont munis d'inserts en acier directement introduits sur la pièce lors du moulage. Des chemises supplémentaires en alliage de cuivre et illustrées à la figure X.27 sont rajoutées au dessus de ces inserts lors de l'essai. Tous ces éléments contribuent à rendre ces trous encore moins vulnérables au matage.

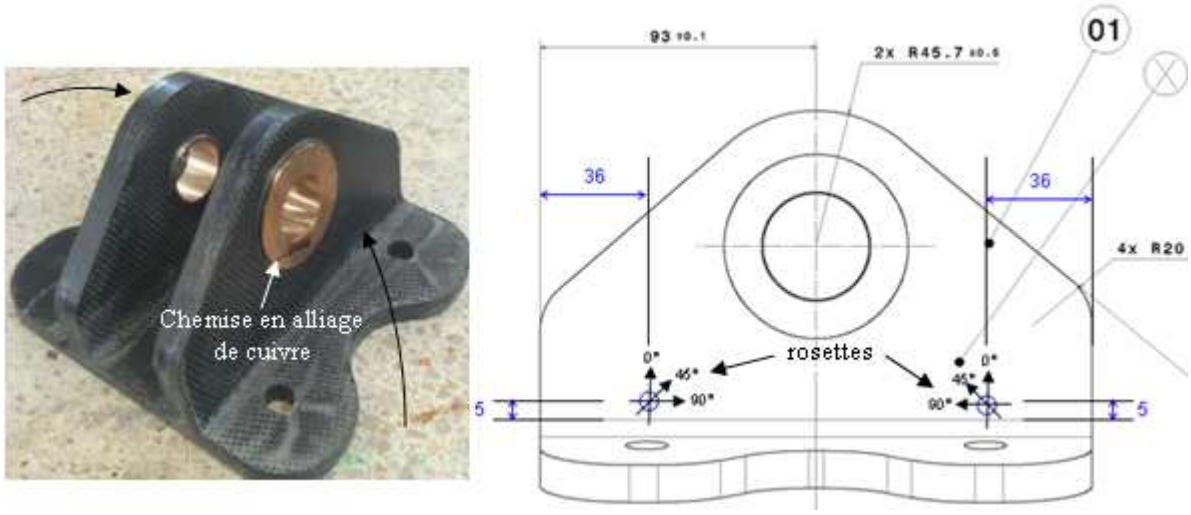


Figure X. 27. A gauche prototype de la chape moulée avec des flèches noires qui indiquent le sens de la légère courbure observée sur la pièce ; à droite le positionnement des rosettes (les distances sont exprimées en mm).

L'ensemble du dispositif expérimental utilisé pour tester la pièce est illustré sur la figure X.28. Il comprend une machine à vérin hydraulique de type Mayes pouvant charger jusqu'à 20 tonnes, un système d'acquisition des mesures (charges et déformations), ainsi qu'une caméra permettant d'observer les rayons et les coins des têtes de clou in situ. Quant à la pièce, elle est fixée sur un socle en acier représentant la voilure, lui-même solidement fixé sur la machine Mayes. Le plan du socle sur lequel est fixée la base de la chape a été incliné de 10,7° de façon à ramener le chargement à un essai simple de traction verticale. La chape est vissée sur le socle par les six vis de fixation avec un couple de 120N.m et une manille équipée de rotules permet d'appliquer sur l'axe de sollicitation en acier un déplacement vertical avec une rampe de 0,5mm/min. Comme on peut le constater, ce dispositif expérimental a été conçu fidèlement au schéma de la figure X.18.

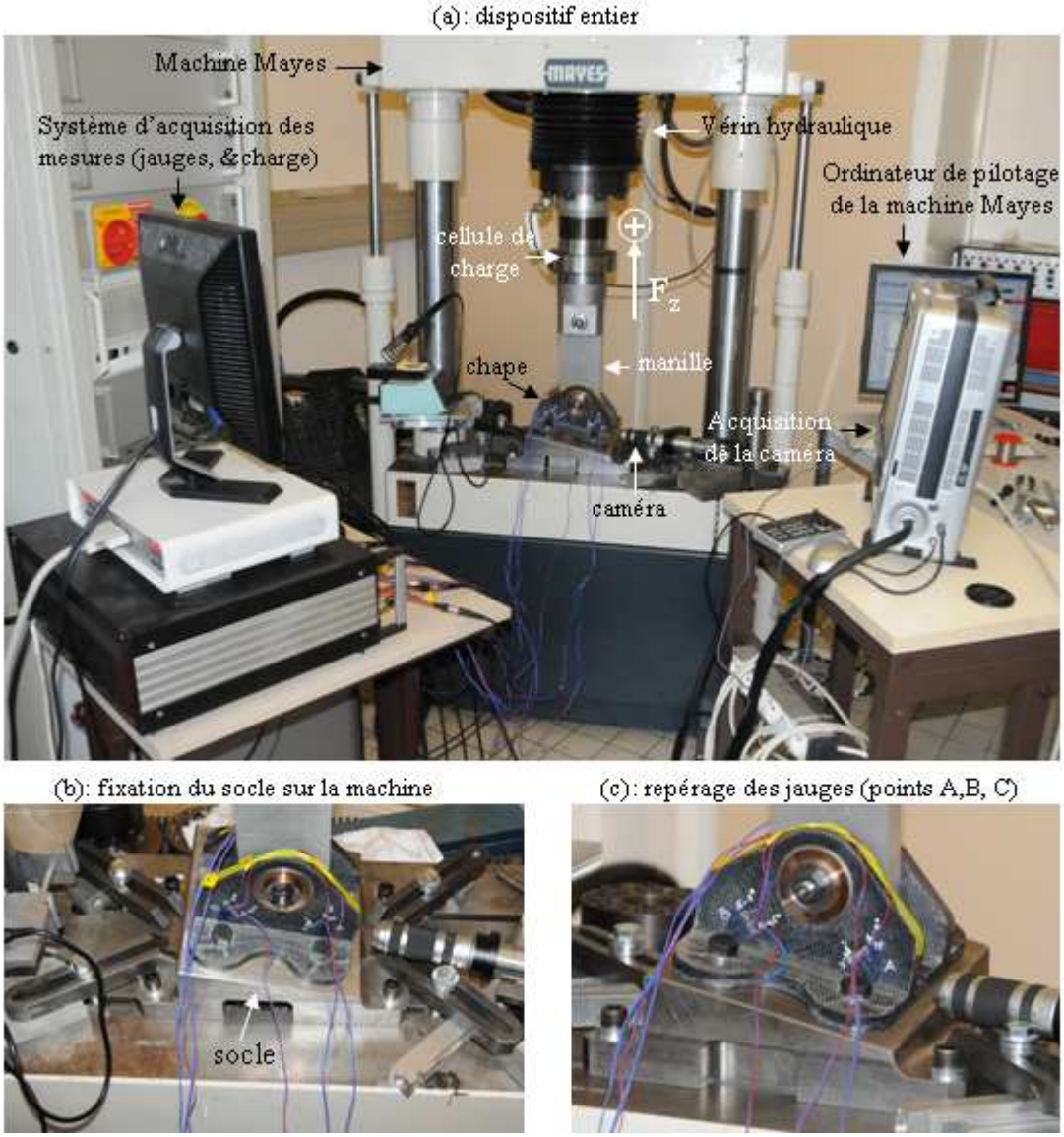


Figure X. 28. Dispositif expérimental pour le test de la chape suivant la direction z du repère de l'avion ; sur le zoom de l'image (c), le point C de collage de la troisième rosette est situé sur l'autre flan à l'opposé du point B.

X.5.5.1 Etude des contraintes générées par le plaquage de la pièce

Comme nous l'avons mentionné précédemment, la pièce présentait une légère courbure et le plaquage de cette dernière sur le socle est source de contraintes. Pour les évaluer, nous avons enregistré les déformations aux points A, B et C au cours du plaquage de la pièce sur le socle. Seules les déformations dans les directions 0° et 45° ont été enregistrées en ces trois points car nous ne disposions que d'une électronique à six entrées. Nous avons alors choisi d'ignorer les déformations dans les jauges à 90° qui en en toute logique devraient être très faibles voire négligeables au vue du sens de la courbure. A l'aide des déformations mesurées, il est possible grâce à la loi de Hooke de

remonter soit aux contraintes locales macroscopiques (si on utilise les propriétés élastiques homogénéisées du stratifié), soit aux contraintes locales dans chaque pli (si on utilise les matrices de rigidité élémentaires de chaque pli avec l'hypothèse d'une solidarité parfaite entre les plis). Pour le calcul de ces contraintes, nous supposons nulles les déformations des jauges non mesurées (jauges à 90°), ce qui fausse un peu les résultats, mais nous donne un bon ordre de grandeur des contraintes générées dans la pièce par le plaquage. L'ensemble des résultats sont résumés au tableau X.3.

	Jauge à 0° (%)	Jauge à 45° (%)	σ locales macroscopique (MPa)	σ locales des plis à 0° (MPa)
Point A	0,054	0,046	σ_{11}=26,25 ; σ_{12}= 6,57	σ_{11}=32,04 ; σ_{12}=2,09
Point B	0,057	0,057	σ_{11}=27,71 ; σ_{12}=8,14	σ_{11}=33,84 ; σ_{12}=2,60
Point C	0,008	0,00	σ_{11}=3,89 ; σ_{12}=0,00	σ_{11}=4,74 ; σ_{12}=0,00

Tableau X.3. Déformations induites aux points A, B et C de la chape par le plaquage sur le socle et ordres de grandeurs des contraintes locales induites par ces déformations et évaluées à l'aide de la loi de Hooke.

L'analyse des résultats contenus dans le tableau X.3 nous montre grosso modo que les contraintes générées lors du plaquage de la pièce sur le plan du socle valent au maximum un peu moins de 5% des limites du matériau. Ainsi, même si ces contraintes ne sont pas négligeables, elles ne sont pas de nature à endommager la pièce. Par ailleurs, on remarque que les points A et B sont très contraints par rapport au point C, ce qui pourrait signifier une courbure plus importante de la pièce du coté de ces deux points. Finalement, la légère courbure de la pièce n'est pas un problème majeur pour cette dernière car un bon plaquage permet de corriger assez facilement le défaut de coaxialité des trous de passage de l'axe de sollicitation engendré par cette courbure, sans pour autant générer des contraintes endommageantes pour la pièce.

X.5.5.2 Validation de la tenue en charge et des critères de délaminage

Après avoir vérifié que la courbure de la pièce ne posait pas de problème majeur à son utilisation, il est maintenant question d'une part de valider sa tenue en charge. D'autre part, il sera aussi question de vérifier effectivement que jusqu'à la charge ultime, nous n'avons aucun amorçage de délaminage au bord libre de la pièce comme l'a prédit le critère. Pour cette partie de la validation expérimentale, les acquisitions des déformations ont été réalisées uniquement aux points A et C (afin d'avoir des valeurs de part et d'autre la pièce) où les déformations dans les trois directions ont cette fois été enregistrées. Le chargement prévu pour la pièce doit s'effectuer en trois temps minimum et à une vitesse de 0,5mm/min: Une première rampe (rampe1 sur la figure X.29) jusqu'à environ 13 tonnes (plus exactement 12,94 tonnes d'après le cahier des charges) suivie d'un palier (palier1 sur la figure X.29) d'au moins trois secondes (il a duré trois minutes dans notre cas) à cette charge. Ensuite, sans décharger au préalable la pièce, une deuxième rampe (rampe 2 sur la figure X.29) à la même vitesse jusqu'à la charge ultime de 19 tonnes (à condition bien sûr que la pièce tienne jusque là), suivie de la décharge complète de celle-ci et de son inspection. Il faut par ailleurs préciser que nous avions la possibilité d'introduire un autre palier à tout moment pour inspecter la pièce à la caméra si un évènement important attirait notre attention. Cela a été le cas à 17,5 tonnes, suite à un son provenant

de la pièce qui nous a incités à imposer le palier 2 avant de recharger à nouveau la pièce pour atteindre la charge ultime de 19 tonnes. L'ensemble des mesures effectuées obtenus sont résumés sur la figure X.29.

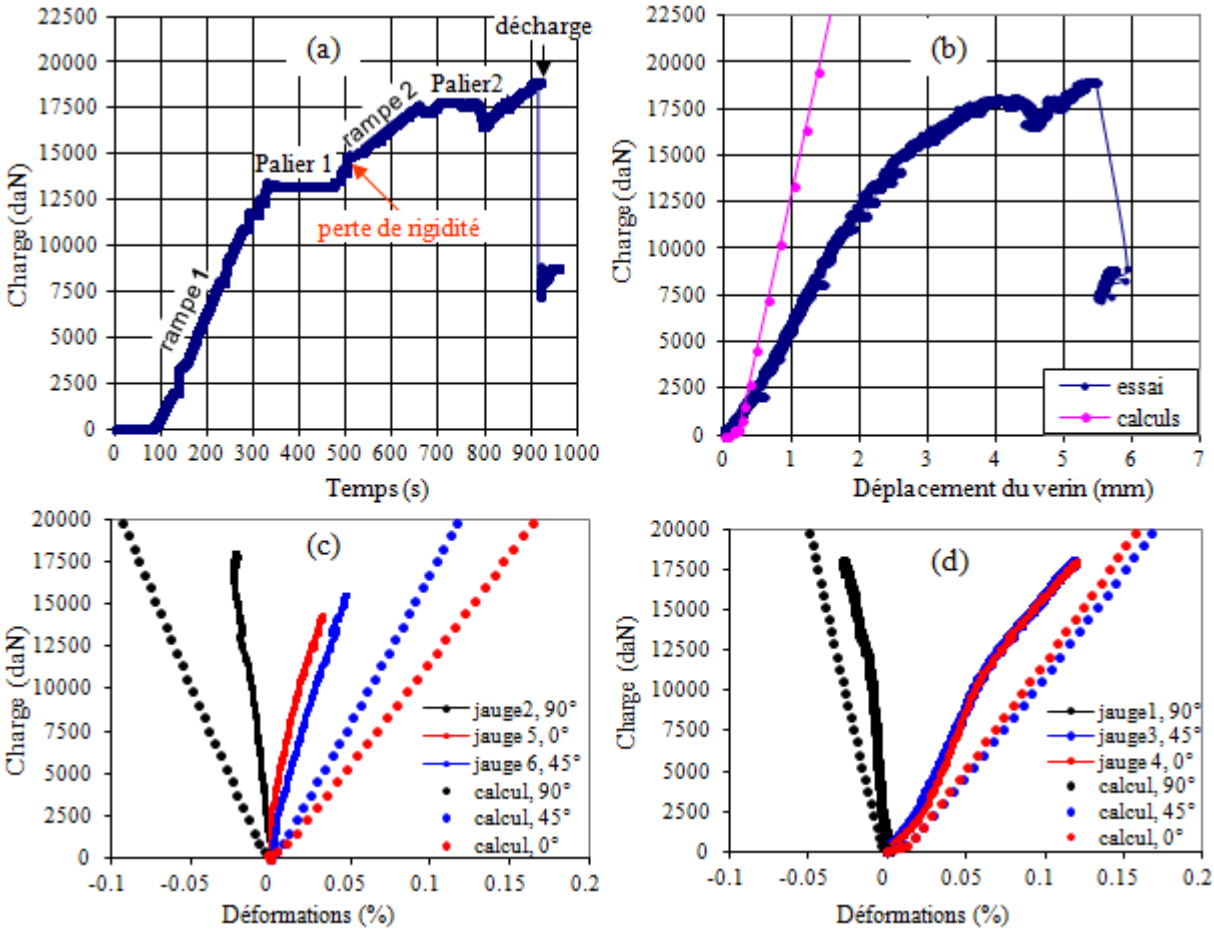


Figure X. 29. Courbes de chargement obtenues lors de l'essai de traction sur la chape à 0,5mm/min suivant l'axe Z du repère de l'avion ; les images (c) et (d) illustrent les courbes enregistrées aux point repères B et C, et les courbes en pointillé sont celles obtenues numériquement en suivant 2 points pris à ces 2 endroits sur le modèle.

Sur la figure X.29 (a) qui représente l'acquisition de la charge brute en fonction du temps, on peut constater d'emblée que durant toute la première rampe et au début de la deuxième jusqu'à environ 15 tonnes (15000daN), nous avons une pente identique. De plus, l'inspection de la pièce à la caméra durant le palier 1 n'a révélé aucun dommage apparent. Nous pouvons dire d'ores et déjà que le prédimensionnement de la pièce réalisé pour supporter une charge de 13 tonnes sans endommagements macroscopiques a été concluant dans la mesure où on observe aucun dommage et aucune perte de rigidité sur les courbes jusqu'à 15 tonnes. Ensuite nous remarquons à partir de cette charge une rupture de pente (perte de rigidité), signe qu'on commence à ressentir à l'échelle macroscopique la somme des dommages microscopiques. Il se pourrait bien qu'on soit déjà en présence de délaminages à l'intérieur des rayons même s'ils ne sont pas visibles au bord libre de la

pièce lorsqu'on l'inspecte à la caméra. A environ 17,5 tonnes, un bruit provenant de la pièce a attiré notre attention et nous avons réalisé un autre palier (palier 2) de charge pour l'observer. L'inspection à la caméra nous a alors révélé des délaminages au bord libre dans le rayon situé proche du point repère A de la figure X.28 (c). Ces délaminages sont illustrés sur la figure X.30 où on peut clairement distinguer la tête de clou qui est bien loin de ces derniers. Ainsi, comme nous l'avions prédit, les extrémités des têtes de clous sont finalement moins dangereuses que les rayons qui sont très sollicités en ouverture et dont les interfaces entre plis cèdent en premier. Après ce second palier d'observation (palier 2) à 17,5 tonnes, le chargement de la pièce s'est poursuivi jusqu'à la charge ultime sans que cette dernière ne cède complètement, puis elle a été déchargée pour analyses. Ainsi, malgré les délaminages observés, la pièce a bien tenu jusqu'à la charge ultime sans se désintégrer complètement, ce qui est un second point positif.

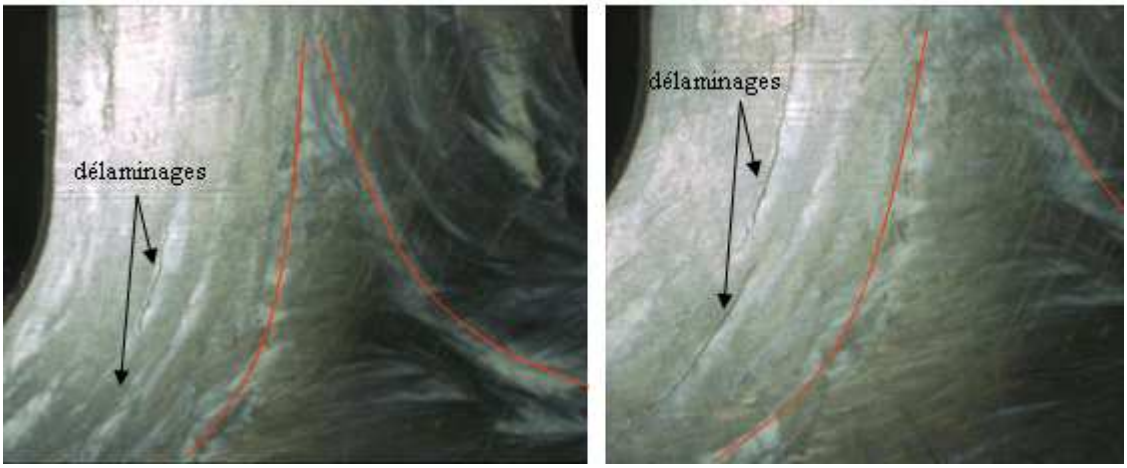


Figure X. 30. Etat de la microstructure à 17,5 tonnes de chargement dans le rayon de la chape situé au niveau du point repère A ; les lignes en rouge indiquent les limites de la tête de clou.

Par ailleurs, il faut préciser que le fait d'avoir du délaminage apparent en bordure libre de la pièce à 17,5 tonnes de charge ne contredit pas forcément notre critère qui le prévoyait à environ 30 tonnes. En effet, notre critère lui ne prévoyait pas d'amorçage du délaminage à partir du bord libre. Or comme nous l'avons évoqué précédemment, il est possible et même très probable que le délaminage se soit amorcé à l'intérieur du rayon au niveau des zones entourées sur la figure X.25 avant de se propager puis de déboucher sur les bords libres. Ainsi, le fait d'avoir du délaminage au bord libre ne signifie pas forcément qu'il s'y est amorcé et on peut mesurer combien il aurait été important d'utiliser des capteurs acoustiques pour détecter d'éventuels délaminages internes que notre critère ne prend pas en compte.

Sur la figure X.29 (b), nous avons représenté les courbes charge-déplacement expérimentales et numériques. Sur la courbe expérimentale, on retrouve bien cette perte de rigidité à 15 tonnes qu'on avait observé sur la courbe force-temps. Une remarque qui saute aux yeux sur cette figure est la différence de rigidité entre les courbes expérimentales et numériques. Cela peut s'expliquer par le fait que le déplacement pris en compte pour la courbe expérimentale est celui du vérin qui est entaché des

nombreux jeux dans le montage. De plus, le fait d'avoir une rotule au niveau de l'axe de sollicitation permet grâce à ses degrés de liberté un ajustement de la manille à chaque instant, ce qui entraine des pertes de charge. En toute rigueur il aurait fallu modéliser la manille et la rotule.

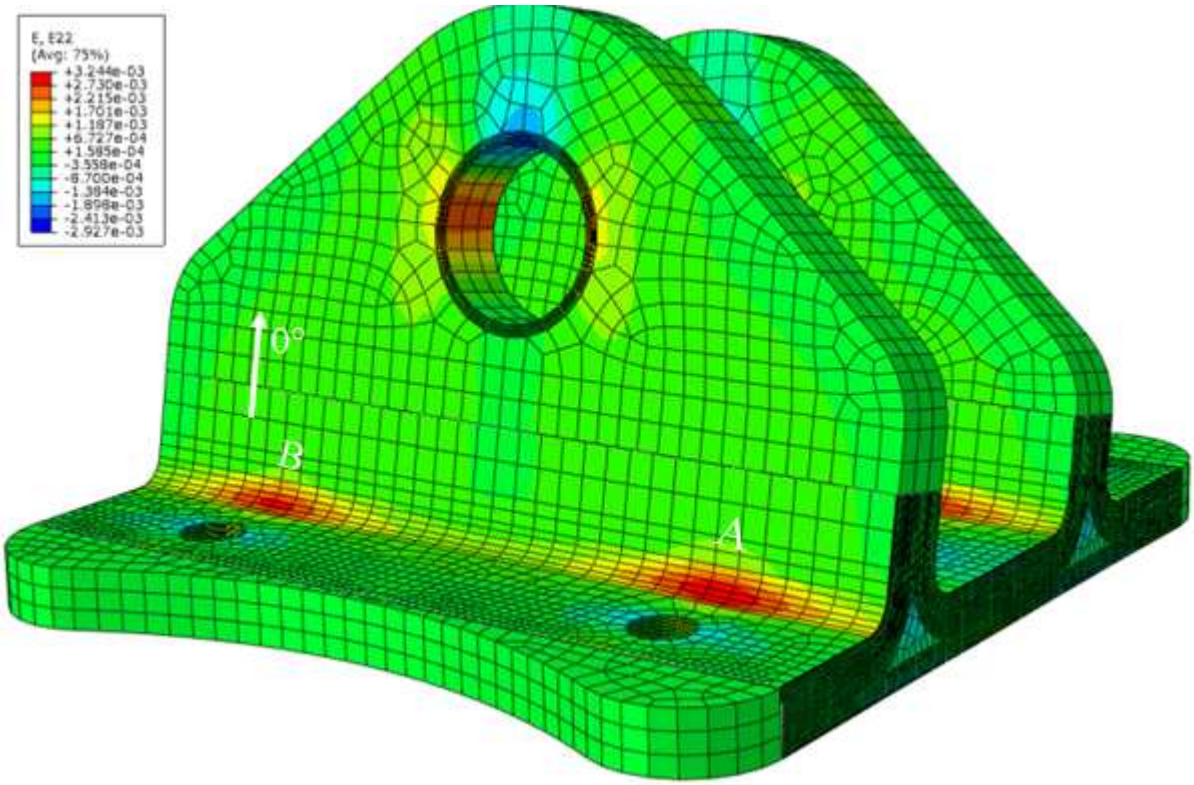


Figure X. 31. Isovaleurs des déformations dans la direction 0° de la chape pour une charge de 6,8 tonnes ; les lettres A et B indiquent les positions exactes des rosettes ; la flèche indique la direction 0° de ces dernières.

Enfin, les figures X.29 (c) et (d) montrent les courbes expérimentales charge-déformation enregistrées par les rosettes aux points repère B et C. On peut remarquer que jusqu'à la charge ultime (19 tonnes), les déformations (et donc les contraintes) locales en ces points restent faibles et très éloignées des déformations à rupture du matériau. Les points repères A, B, C ne constituent donc pas des zones particulièrement critiques pour la pièce et la figure X.31 le montre d'ailleurs très bien. On peut y voir que les déformations dans la direction 0° ne sont pas très élevées en ces points et que tout se passe finalement dans les rayons qui sont décidément les zones clefs de cette pièce.

Par ailleurs, les courbes expérimentales charge-déformation mesurées aux points B et C peuvent être utilisées comme données pour la validation du modèle numérique. En effet, en mesurant directement la déformation en ces points grâce aux jauges, on s'affranchit des problèmes de jeux dans le montage et des mouvements d'ajustement de la manille qui faussent les courbes charge-déplacement. Pour obtenir Les courbes numériques (issues des calculs) charge-déformation qui seront comparées à ces courbes expérimentales, il suffit de prendre deux points sur le modèle numérique dont l'un en B et l'autre en C, puis de tracer l'évolution de la charge en fonction des déformations locales

en ces deux points. Nous obtenons alors les courbes en pointillé sur les figures X.29 (c) et (d). La comparaison de ces courbes en pointillé avec les courbes expérimentales nous montre dans un premier temps que les courbes numériques sont toujours linéaires jusqu'à la fin. Cela est logique puisque les calculs sont réalisés en élasticité et dans l'hypothèse des petits déplacements. On remarque aussi qu'au point repère C (figures X.29(d)), on a une corrélation satisfaisante entre les courbes expérimentales et numériques. Par contre au point repère B (figures X.29(c)), la différence est beaucoup plus nette entre les deux types de courbes. Ainsi, si le Point C valide bien notre calcul, le point B quant à lui est un peu problématique. Le matériau ayant été validé à maintes reprises, ces écarts entre simulations et calculs proviennent certainement de la grande difficulté à reproduire de manière exacte les conditions aux limites d'un dispositif aussi complexe. Il parait nécessaire voire indispensable de modéliser le système en entier et avec finesse si on souhaite avoir une meilleure corrélation entre les calculs et les essais.

Figure X. 32. Aspect extérieur sous différentes vues de la chape après une sollicitation de 19 tonnes à 0,5mm/min suivant l'axe Z du repère lié à l'avion.

Une fois ces analyses terminées, nous avons procédé au démontage du dispositif pour une première inspection visuelle de la pièce après la sollicitation ultime de 19 tonnes. Comme le montrent les images de la figure X.32, nous ne constatons aucun dommage apparent aussi bien au niveau de l'axe (pas de matage) que des trous de fixation (pas de matage ni d'écrasement). Les bagues en laiton et les

inserts en acier n'ont subi aucune distorsion. Mis à part les traces des rondelles autour des trous de fixation et les délaminages observés précédemment dans le rayon proche du point repère A, la pièce semble avoir conservé son intégrité physique. Cet essai nous montre que le prédimensionnement a été plutôt concluant du point de vue tenue mécanique. Ce premier prototype muni de ses inserts en acier pèse 1,37 Kg contre 2,8 Kg (volume de la géométrie multiplié par la masse volumique de l'aluminium) pour le prototype en aluminium, soit donc un gain en masse de 52%. Même si ce gain est appelé à diminuer un peu avec la prise en compte des abattements liés à la fatigue de la pièce et à son environnement d'utilisation (humidité, température, impact), on peut d'ores et déjà dire qu'il restera très intéressant. La prochaine étape de cette phase de prédimensionnement consiste à un examen plus en profondeur de la pièce au travers des techniques non destructives (thermographie infrarouge, ultra sons… etc.) et destructives (découpes et observations microscopiques) afin de juger de l'étendue des dommages et de son intégrité microstructurale. Ce travail est en cours et est assuré par l'industriel lui-même.

X.6 Conclusion

Au terme de ce chapitre nous avons utilisé les propriétés mécaniques du pli élémentaire ainsi que les critères de rupture et de délaminage identifiés dans les chapitres précédents pour les appliquer aux calculs des pièces industrielles. Ainsi, nous avons montré tout l'intérêt qu'il y'avait à passer des modèles macroscopiques ou homogénéisés à des modèles mésoscopiques. Notamment en termes de meilleure prédictibilité du comportement mécanique et de la possibilité d'introduire directement sur pièce des critères de délaminage pour un dimensionnement plus sûr. Nous avons également illustré comment prendre en compte dans les modèles de calcul des pièces l'impact du procédé sur les propriétés mécaniques dans les zones à géométries complexes. Enfin, nous avons procédé au prédimensionnement avec succès d'une chape composite dont l'épaisseur conséquente nous a poussé à chercher et à proposer un moyen de réduire la taille des maillages, notamment en ne modélisant à l'échelle du pli que les zones à risque préalablement identifiées. Pour ce qui est des points faibles de la chape, les rayons se sont avérés extrêmement plus critiques par rapport aux extrémités des têtes de clou qui apparaissaient intuitivement comme les zones les plus à risque. Par ailleurs, au terme de ce chapitre, quelques insuffisances sont à signaler. Celles-ci proviennent d'avantage du fait que nous avons reçu très tardivement le prototype, ce qui ne nous a pas laissé le temps d'aller au bout de son étude, d'explorer de nouvelles pistes que cette phase de prédimensionnement nous a suggéré ou encore de mettre en œuvre d'autre moyens d'observations et d'analyse de la pièce comme l'émission acoustique.

La première de ces insuffisances concerne notre critère de délaminage qui ne pend pas en compte les délaminages s'amorçant à l'intérieur des structures et qui se limite uniquement à ceux s'amorçant au bord libre. Cet aspect mérite d'être développé afin d'aboutir à un critère plus complet. La deuxième perspective à explorer consiste à introduire les critères de dégradation progressive de Hashin dans le modèle de la chape afin de comparer les résultats aux courbes expérimentales. Ces critères de part leur simplicité pourraient s'avérer un outil très puissant pour déterminer les limites d'endommagements

microscopiques supportables par les pièces (sans impact sur sa réponse macroscopique), surtout qu'un degré de précision supplémentaire est apporté par leur modélisation à l'échelle mésoscopique. Enfin, la troisième et dernière perspective concerne le fait qu'on se soit arrêté avec la chape uniquement à la phase de prédimensionnement. Toute la phase d'optimisation et de qualification de la pièce pour aboutir à sa forme définitive reste encore à faire et se poursuivra sans doute à la suite de cette thèse. Il s'agira par exemple de d'étudier le comportement à long terme (fatigue), de prendre en compte les effets de l'environnement (humidité, température, impact…), de réduire encore un peu plus la masse de la pièce en optimisant la tête de clou (la remplacer par un matériau plus léger ou alors trouver une méthode pour l'éliminer carrément) qui du point de vue mécanique n'est pas du tout critique car tout se jouant finalement dans les rayons.

Bibliographie

[Berthelot, 2005]: J. M. Berthelot. Comportement mécanique et analyse des structures. Edition Masson, 2005.

[O'Brien, 2001]: T. Kevin O'Brien. "Fracture Mechanics of Composite Delamination". Composites ASM Handbook, vol. 21, pp. 241-245, 2001.

[Wang et al. 2013] : P. Wang, N. Hamila, P. Boisse. "Thermoforming simulation of multilayer composites with continuous fibres and thermoplastic matrix". Composites Part B 52, pp. 127 – 136, 2013.

Chapitre XI :
Conclusion Générale et Perspectives.

RESUME : *Dans ce chapitre, il est question de faire un bilan général des travaux réalisés au cours de cette thèse, d'en tirer les faits majeurs et d'énoncer quelques perspectives que nous jugeons intéressantes afin d'enrichir ce travail.*

Au terme de cette thèse, la question qui se pose est de savoir si nous sommes en mesure de produire des pièces composites de petites et moyennes dimensions à hautes performances mécaniques et à bas coûts, comme le stipulait l'objectif du cahier des charges de ce projet. Pour y répondre, ce travail prétendait apporter des réponses aussi bien qualitatives que quantitatives sur cinq points essentiels à savoir l'identification des matières de base adaptées au procédé de thermoformage adopté, l'optimisation de ce procédé vis-à-vis des performances mécaniques des différentes matières moulées, les caractérisations mécaniques et physico-chimiques des matériaux et pièces moulées afin de les comparer à ceux existants, la compréhension et la modélisation des mécanismes d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux et des structures moulées et enfin, la proposition des approches de dimensionnements des pièces un peu moins conservatifs que ceux appliqués aujourd'hui.

En ce qui concerne le choix des matières et l'optimisation du procédé de thermoformage vis-à-vis de ces dernières, nous avons pu grâce aux analyses physico-chimiques et aux essais mécaniques mis en rapport avec les conditions de moulage (cycles de température et de pression) établir le profil type de matière de base adaptée à ce procédé. De façon générale, les armures tissées semblent mieux s'y prêter que les UD. Les renforts de ces dernières (armures tissées) conservent mieux les orientations souhaitées/initiales et on obtient des propriétés mécaniques qui sont dans la gamme des valeurs attendues, contrairement aux UD dont les propriétés sont légèrement en dessous des attentes. Cependant, les ondulations induites par l'enchevêtrement des fibres/mèches de chaine et de trame dans les armures tissées affaiblissent de façon considérable leur tenue mécanique par rapport aux UD. Cela a été bien illustré par l'expression analytique du module de traction chaine/longitudinale du tissu en fonction de celui de l'UD établie au chapitre IV en se servant de modèles simplifiés.

Nous avons également montré l'importance d'introduire dans les cycles de température et de pression, des paliers intermédiaires afin d'obtenir des matériaux et pièces les plus homogènes possibles. Une chose curieuse pour laquelle nous n'avons pas encore d'explication définitive est le fait que les matières en carbone/PPS (aussi bien les UD que les tissus) ne supportent pas les très hautes pressions (55bar). Par ailleurs, nous avons également mis en évidence l'intérêt d'avoir des fibres craquées dans des zones complexes où leur capacité à s'étirer à haute température leur permet d'épouser facilement ces géométries sans causer des désalignements de fibres. Le revers de la médaille avec ces fibres est que dans les zones à formes simples (planes), des précautions doivent être prises pour éviter des surélongations inutiles. En définitive, de nombreux couples (matière-procédé) se sont avérés très concluants et devraient déboucher sur des productions industrielles. Du point de vue du choix des matières adaptées au procédé et de l'optimisation du procédé vis-à-vis d'elles, on peut dire que les objectifs ont été largement atteints.

Concernant la caractérisation des matériaux, pratiquement tous les essais de base utilisés pour caractériser et qualifier les composites à fibres continues ont été passés en revue. Les résultats obtenus se situent dans la gamme des valeurs rencontrées dans la littérature et sont même dans certains cas meilleurs. La caractérisation a permis d'établir une base de données fiable pour le dimensionnement des structures et nous a donné une vue comparative sur ces différents matériaux qui devrait permettre l'optimisation de leur utilisation suivant les applications et les environnements. Par ailleurs, lorsqu'on soumet les matériaux aux conditions sévères, la tenue globale est là aussi plutôt satisfaisante. Pour ce

qui est de l'influence de l'humidité seule sur le comportement mécanique, les matériaux à matrice PEEK se sont montrés très aptes par rapport à leurs homologues à matrices PEI, PPS et époxy. Les matériaux à matrice PPS quant à eux se sont distingués par leur sensibilité à l'humidité. Quant à l'influence de la température, la surprise est venue des matériaux à matrice PEI et époxy M77 qui se sont révélés être les plus vulnérables, comme quoi une Tg élevée n'est pas toujours synonyme de bonne tenue en température. Le dernier volet de l'étude de l'influence de l'environnement sur la tenue mécanique des matériaux portait sur les chocs, notamment les essais d'impact et de compression après impact. Nous avons sans surprise constaté que les composites à matrices thermoplastiques présentaient une meilleure tenue au choc par rapport à ceux à matrices époxy. La résistance résiduelle en compression après impact de tous les matériaux, aussi bien à matrices époxy que thermoplastiques semblent indiquer une loi de décroissance avec l'énergie d'impact ou la taille (profondeur) de l'empreinte identique. Cette loi de décroissance présente un seuil au delà du quel l'impact n'a plus aucun effet sur la résistance résiduelle des matériaux, quelque soit l'énergie du choc. Ces résultats sont significatifs dans la mesure où ils permettront de prédire le comportement en compression après un choc quelconque subi par ces différents matériaux sans avoir à réaliser des essais. Ils permettront également un dimensionnement plus sûr grâce à l'identification de ce seuil de résistance résiduelle minimale en compression après impact.

Un autre aspect important des travaux de caractérisation portait sur les éprouvettes trouées sollicitées en traction et en matage. Nous avons montré que le fait de poinçonner les trous à chaud réduit leur résistance au matage par rapport aux trous usinés à froid lorsqu'ils sont sollicités à l'état sain et là l'ambiante (23°C). Cependant dans les conditions sévères, les trous poinçonnés à chaud semblent reprendre l'avantage sur les trous percés à froid. Nous avons attribué cela à l'état de surface des trous poinçonnés à chaud qui empêche la reprise d'humidité au niveau du trou, le préservant ainsi des effets plastifiant du vieillissement sur sa matrice qui du coup résiste beaucoup mieux au matage. Quant à la résistance en traction trouée, le fait de poinçonner les trous à chaud semble améliorer de façon significative la capacité d'accommodation/relaxation des surcontraintes dans leur voisinage. Cela s'est traduit par des résistances en traction trouée des éprouvettes poinçonnées à chaud quasiment égales (insensibilité à la présence du trou) à celles obtenues en traction lisse, alors que la résistance des éprouvettes percées à froid chutait de 20% environ. Ces résultats ouvrent des perspectives très intéressantes pour la technologie de poinçonnage des trous à chaud qui d'une part réduirait les coûts d'usinage et de traitement de surface de ces derniers, et d'autre part confèrerait certains avantages en terme de tenue mécanique. Par ailleurs, nous avons également constaté que le vieillissement hygrothermique n'engendrait pas d'abattement supplémentaire notable de la résistance en traction trouée, que les trous soient percés à chaud ou non. Cela n'est pas vraiment une surprise dans la mesure où les effets plastifiants de l'humidité sur les matrices polymères ne peuvent que contribuer à améliorer les capacités d'accommodation des surcontraintes en bordure des trous. Au regard de tous les résultats obtenus des essais de caractérisation et de qualification, nous pouvons une fois de plus affirmer que ce deuxième objectif a été largement rempli.

Le troisième aspect de la réponse au problème posé par le cahier des charges concernait la compréhension et la modélisation du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement des matériaux afin d'assurer une bonne prédictibilité de la tenue des pièces. De ce point de vue, nous

avons mis en évidence et identifié avec succès le comportement non linéaire (élastique endommageable dans les directions des fibres et élastoviscoplastique endommageable en cisaillement plan) du matériau de référence (carbone/PEEK satin 5). Puis, grâce à une étude multiéchelle, nous avons montré et expliqué l'influence des ondulations des fibres/mèches sur les propriétés mécaniques des armures tissées et particulièrement les satins de 5. Ensuite, nous avons identifié tout un ensemble de critères de rupture et d'endommagement de ce matériau. Ceux-ci sont de quatre types à savoir les critères tensoriels quadratiques de types Mises et Tsai qui sont les plus simples, les critères de la distance critique dits de 'point stress' et 'average stress' pour les cas présentant des singularités de contraintes tels que les trous, les critères phénoménologiques de type Hashin et les critères de délaminage. Concernant le délaminage justement, un accent particulier a été mis sur l'étude et la prédiction de ce défaut dont l'apparition est un signal fort que la structure commence ressentir à l'échelle macroscopique l'accumulation des endommagements qui surviennent à l'échelle microscopique. Le critère que nous avons proposé utilise comme variables d'entrée les composantes du tenseur des contraintes (comme ceux de Tsai et Mises), ce qui le rend plus simple que les critères basés sur la mécanique élastique linéaire de rupture qui eux nécessitent des essais et des modèles numériques très complexes.

L'application de tous ces critères à des éprouvettes de laboratoire lisses et trouées ont permis de mettre en évidence la pertinence des uns et des autres, mais surtout de faire ressortir la puissance des critères phénoménologiques de type Hashin qui pourraient s'avérer être un outil très efficace pour les phases de prédimensionnement des structures. En effet, ces derniers permettent de déterminer avec une certaine efficacité le seuil d'endommagements microscopiques tolérable par une structure, ce qui est une donnée très importante en dimensionnement. Ce troisième volet de notre réponse au cahier des charges nous parait tout à fait satisfaisant. En effet, nous avons mis en place tous les outils devant nous permettre de modéliser et de prédire avec plus de confiance le comportement mécanique des pièces et par conséquent de réduire un peu les coefficients de sécurité qui demeurent très élevés.

Le volet final de la réponse au cahier des charges consistait à appliquer tout ce qui précède au dimensionnement, à la modélisation et à la fabrication des pièces proprement dites. Ce dernier volet constituait donc l'aboutissement même du projet. Malgré les retards importants accusés par le projet, cette étape a pu être bien amorcée. Ainsi, des structures présentant des difficultés de plus en plus importantes ont été moulées. La modélisation de ces dernières à l'échelle mésoscopique (du pli) ont permis d'obtenir un excellent accord entre les essais et les calculs. Ces modèles mésoscopiques ont également pour avantage de permettre l'optimisation des séquences d'empilement et l'introduction directement sur les pièces des critères de délaminage. Cela a été fait avec plus ou moins de succès sur deux des pièces sur lesquelles nous avons pu prédire les lieux et les niveaux de chargement aux quels le délaminage devait se produire. Dans cette phase ultime, nous avons également proposé une méthode de prise en compte des effets du procédé lors du calcul des pièces, notamment des désalignements de fibres qui interviennent lors du moulage des géométries complexes (3D) comme les coins de malle. La méthode proposée certes basique s'est avérée tout a fait intéressante pour une première approche.

Enfin, nous avons pu mener avec succès le prédimensionnement d'une véritable pièce industrielle avec le matériau modèle de l'étude (carbone/PEEK satin 5). Cette dernière a montré un comportement

conforme aux attentes et permettra de gagner au final au moins 50% en masse par rapport à son homologue métallique (Aluminium). Pour la modélisation à l'échelle mésoscopique de cette pièce, nous avons proposé une approche permettant de simplifier le maillage car celle-ci était très épaisse. L'astuce consiste à ne modéliser qu'à l'échelle du pli les zones les plus critiques pour la tenue mécanique de la pièce, des zones préalablement identifiées par des calculs préliminaires. L'introduction de notre critère de délaminage a permis de prédire le lieu où ce défaut était le plus susceptible de se produire. Au terme de cette thèse, nous pouvons pu dire que les objectifs ont globalement été atteints car nous sommes partis des matières de base pour aboutir à des pièces fiables avec le procédé choisi. Cependant, beaucoup de points restent encore à clarifier et certaines pistes que nous n'avons pu explorer faute de temps, mériteraient d'être investiguées afin d'enrichir la qualité de ce travail.

D'un point de vue expérimental, nous avons amorcé une étude comparative entre trous usinés et trous poinçonnés au moulage. Nous avons constaté que les trous poinçonnés au moulage permettaient une meilleure accommodation des surcontraintes en bordure des trous. Cependant, nous nous sommes limités à l'interprétation des essais sur quelques éprouvettes testées. Il aurait été intéressant de pousser l'étude par des coupes microscopiques et des mesures physico-chimiques tels que le taux de cristallinité en bordure des trous afin de comprendre les mécanismes qui confèrent cette capacité d'accommodation aux trous poinçonnés à chaud. Maitriser un tel mécanisme pourrait permettre à l'avenir de controller les surcontraintes en bordures des trous tout en gardant une bonne tenue au matage. D'un point de vue expérimental toujours, un travail important reste à faire en termes d'étude du comportement à long terme (fatigue) des matériaux et du prototype fabriqué. Comme je l'ai évoqué à la conclusion du chapitre X, nous nous sommes limités pour la pièce industrielle à l'étape du prédimensionnement de la pièce, laissant en suspend toute la phase suivante de son optimisation et de sa qualification. Enfin, le dernier aspect expérimental qui mériterait une attention supplémentaire concerne la détection expérimentale de l'amorçage du délaminage dans les composites à armures tissées. Le dispositif a encore besoin d'être optimisé car la marge d'incertitude demeure assez élevée du fait de la complexité même des interfaces dans ce type d'armures.

D'un point de vue numérique, trois pistes essentielles nous paraissent intéressantes à approfondir. Premièrement, on envisage d'aller encore plus loin avec l'étude multiéchelle du satin de 5 initiée au chapitre VIII en introduisant directement dans les VER des défauts comme les délaminages intra et interlaminaires ou encore les fissurations et les ruptures de mèches afin de juger de leur impact réel sur les propriétés mécaniques. Deuxièmement, il serait nécessaire de réfléchir à une nouvelle formulation du critère de délaminage que nous avons proposé afin de pouvoir prédire aussi bien les amorçages de délaminage qui partiraient de l'intérieur des pièces que ceux s'initiant en bordure libre qui sont les seuls pris en compte pour le moment. Enfin, le dernier aspect que nous envisageons approfondir consiste à appliquer les critères phénoménologiques de Hashin sur la chape et d'autres pièces modélisées à l'échelle du pli afin de déterminer le moment où leur comportement macroscopique commencerait à ressentir les effets de l'accumulation des dommages microscopiques. La comparaison de tels calculs avec les courbes expérimentales permettront aussi de juger de la pertinence de ces critères appliqués à des structures réelles et pourraient ouvrir la voie à des méthodes plus efficaces de dimensionnement.

ANNEXE 1 : ETUDE ANALYTIQUE DE L'INFLUENCE DES ONDULATIONS DES FIBRES/MECHES SUR LE MODULE EN TRACTION DES COMPOSITES A FIBRES CONTINUES

L'idée est de montrer au travers d'une démonstration analytique la forte influence des ondulations de fibres/mèches sur le module en traction des composites à fibres continues. L'avantage d'une méthode analytique par rapport à une méthode numérique est qu'il est possible d'établir une relation directe entre les modules des fibres/mèches non ondulées (UD) et les fibres/mèches ondulées qu'on retrouve généralement dans les tissus et les quasi-UD (tissus avec moins de 10% de fibres/mèches dans le sens transverse qui généralement ne servent qu'au maintient des 90% de fibres/mèches du sens longitudinal). Cela permettra de savoir dans quelles proportions ces ondulations influencent le module de ces matériaux et comment on peut agir pour réduire cette influence. Pour effectuer cette démonstration, nous avons fait une représentation schématique d'un UD et d'un tissu sollicités en traction comme illustré sur la figure 1.

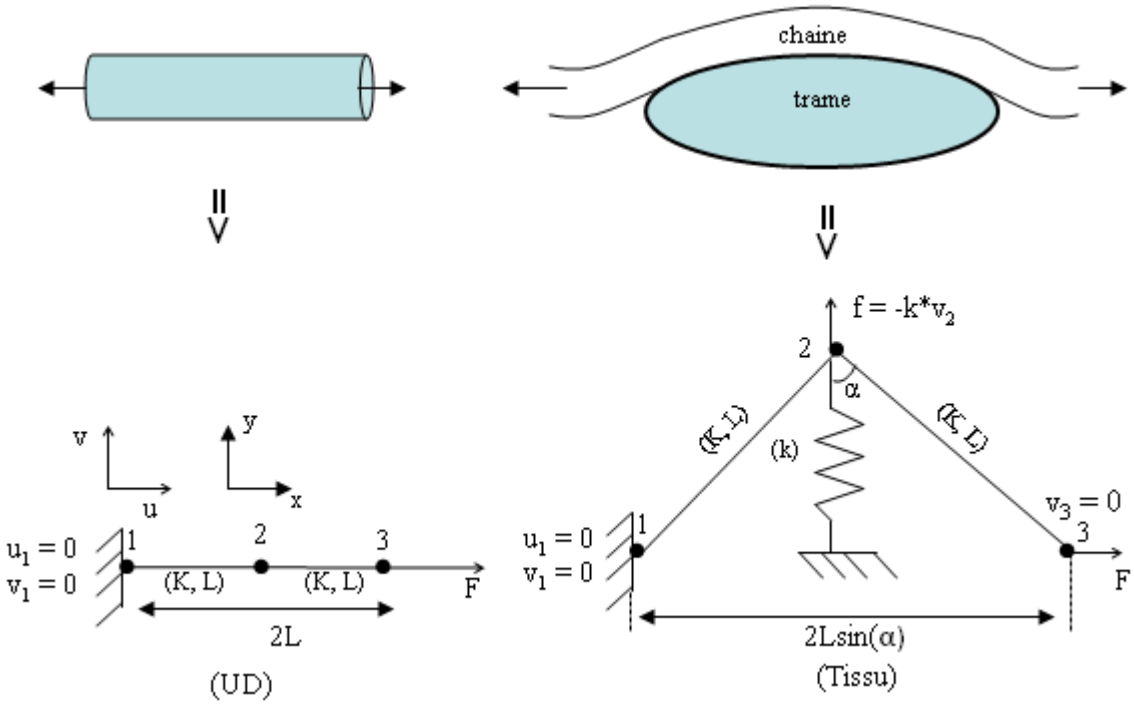


Figure 1 : en haut, représentation schématique d'une mèche dans un UD et dans un tissu plan sollicités en traction ; en dessous, modèles simplifiés et discrétisation par éléments finis.

Comme l'illustre la figure 1, le tissu diffère de l'UD par la présence d'un fil/mèche de trame sous le fil de chaine (ou vice-versa) que nous modélisons par un ressort de raideur k (raideur dans la direction de l'épaisseur du fil de trame), et qui crée un embuvage d'angle au sommet 2α. Nos deux systèmes (UD et tissu) sont divisés chacun en deux éléments considérés comme des barres rigides de section droite A, de raideur K et de longueur L, délimités par les nœuds numérotés **1, 2** et **3**. Lors de la sollicitation en traction, le fil de trame exerce sur le fil/mèche de chaine une force de Hooke $f = -k*v_2$ au point de croisement entre les deux fils (nœud 2). Dans le cas de l'UD, les fils sont et restent tout le temps parallèles à la direction de sollicitation. Par définition, le module longitudinal E_x dans la direction x est donné par la relation

$$E_x = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}} = \frac{\frac{F}{A}}{\frac{u_3}{L_0}} = \frac{F \cdot L_0}{A \cdot u_3} \qquad (1)$$

Dans l'équation (1), σ_{xx} et ε_{xx} représentent respectivement la contrainte nominale et la déformation dans la direction longitudinale (x), F la force de traction longitudinale appliquée au nœud 3, u_3 le déplacement longitudinal du nœud 3 qui correspond encore à l'allongement du système et L_0 la longueur initiale du système (qui Vaut 2L dans le cas de l'UD et 2Lsinα dans le cas du tissu). Pour déterminer le module E_x, la donnée manquante est u_3 que nous allons évaluer analytiquement par la méthode des éléments finis, sans trop rentrer dans la théorie de cette méthode qui est largement expliquée dans la littérature.

L'application de la méthode des éléments finis à nos 2 systèmes revient à résoudre l'équation (2) représentant la loi de Hooke :

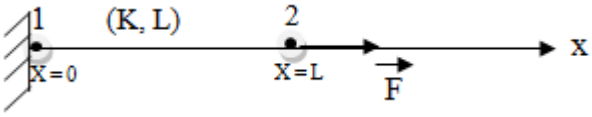
$$\{F\} = [K] \cdot \{U\} \qquad (2)$$

Où {F} représente le vecteur résultante des efforts extérieurs aux nœuds,
[K] la matrice de rigidité globale de tout le système obtenu par assemblage des matrices de rigidité élémentaires [K]i-j des éléments délimités par les nœuds i et j,
{U} le champ de déplacement aux nœuds que la résolution de l'équation (2) vise à déterminer.

Pour déterminer la matrice de rigidité globale des systèmes, une procédure simple consiste à déterminer dans un premier temps la matrice de rigidité élémentaire [K]i-j pour une barre horizontale de longueur L et de raideur K dans un repère où l'un des axes est parallèle à la barre. puis par rotation dans le plan (x,y) en utilisant les matrices de changement de base, on peut déterminer les matrices élémentaires des barres inclinées dans le repère (x,y). Ensuite, par assemblage on pourra facilement déterminer la matrice globale recherchée dans le repère (x,y).

1. Matrice de rigidité élémentaire d'une barre horizontale

considérons la barre çi dessous :



Nous recherchons des fonctions de forme aux nœuds i de type : $N_i(x) = a + bx$, sachant que :

$$\begin{cases} N_1(0) = 1 \\ N_1(L) = 0 \end{cases} \text{ et } \begin{cases} N_2(0) = 0 \\ N_2(L) = 1 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} N_1(x) = 1 - x/L \\ N_2(x) = x/L \end{cases} \qquad (3)$$

On vérifie bien que: $\sum Ni = N_1 + N_2 = 1$

Nous recherchons maintenant la matrice des fonctions de forme [B] définie telle qu'en un point M(x) quelconque (de la barre) de coordonnées x , on ait la relation

$$\{\varepsilon(M)\} = \frac{\partial u(M)}{\partial x} = [B]\{U\} \Rightarrow [B] = [\frac{\partial N_1}{\partial x}, \frac{\partial N_2}{\partial x}] = \frac{1}{L}[-1,1] \text{ avec } u(M) = \sum N_i u_i \qquad (4)$$

La matrice de rigidité élémentaire de la barre délimitée par les nœuds 1 et 2 est donnée par la relation

$$[K]_{1\text{-}2} = \iiint [B]^t\,[c][B]\,dv \tag{5}$$

L'équation (3) est l'écriture la plus générale pour calculer la matrice de rigidité élémentaire d'un élément dans un cas 3D. Dans le cas de notre barre, l'intégrale s'effectuera sur la section A (intégrale double) de la barre. La matrice [C] est la matrice d'élasticité de notre barre qu'on peut assimiler au module d'Young E, puisque la barre est unidimensionnelle. Ainsi, nous pouvons déduire la matrice de rigidité élémentaire

$$[K]_{1\text{-}2} = \frac{E \cdot A}{L}\begin{bmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{bmatrix} \tag{6}$$

On peut vérifier que l'expression EA/L est bien homogène à une raideur. La loi de Hooke de la barre dans le référentiel unidimensionnel (1D) qui lui est associé s'écrit alors

$$\begin{Bmatrix} F_{1x} \\ F_{2x} \end{Bmatrix} = \frac{E \cdot A}{L}\begin{bmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{bmatrix}\begin{Bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{Bmatrix} \tag{7}$$

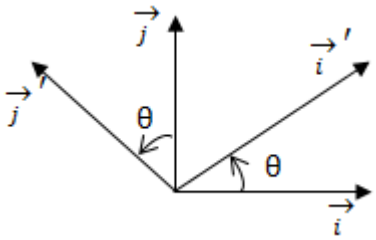
Les indices 1 et 2 indiquent les numéros des nœuds, u est le déplacement suivant l'axe x et v sera le déplacement suivant l'axe y. La loi de Hooke telle qu'exprimée par l'équation (7) implique que tout se passe uniquement suivant l'axe x, ce qui est le cas pour un UD sollicité en traction où on a aucun déplacement suivant y. Par contre dans le cas du tissu, les barres sont inclinées et il faudra exprimer l'équation (7) en 2D (dans le plan (x, y)). La forme 2D de l'équation (7) s'écrit alors

$$\begin{Bmatrix} F_{1x} \\ F_{1y} \\ F_{2x} \\ F_{2y} \end{Bmatrix} = \frac{E \cdot A}{L}\begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}\begin{Bmatrix} u_1 \\ v_1 \\ u_2 \\ v_2 \end{Bmatrix} \quad \textit{et on pose} \quad [K]_{(\vec{i},\vec{j})} = \frac{E \cdot A}{L}\begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{8}$$

2. Expression de la matrice de rigidité élémentaire de la barre inclinée dans le repère global (x,y)

La loi de Hooke pour une barre sollicitée parallèlement à sa longueur étant définie en 2 D (équation 8), il est maintenant question de déduire la matrice de rigidité des barres inclinées dans le repère global.

En guise de rappel, si considère deux bases orthogonales $(\vec{i}, \vec{j})$ et $(\vec{i}', \vec{j}')$ telles que $(\vec{i}', \vec{j}')$ est obtenue par rotation de $(\vec{i}, \vec{j})$ d'un angle θ, les 2 bases sont liées par la relation (9).



$$\begin{cases} \vec{i}' = \cos\theta\,\vec{i} + \sin\theta\,\vec{j} \\ \vec{j}' = -\sin\theta\,\vec{i} + \cos\theta\,\vec{j} \end{cases} \qquad (9)$$

La matrice de passage [M] de la base $(\vec{i}, \vec{j})$ à la base $(\vec{i}', \vec{j}')$ est par définition donnée par l'équation

$$(\vec{i}', \vec{j}') = (\vec{i}, \vec{j}) \cdot \begin{bmatrix} \cos\theta & \sin\theta \\ -\sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} = (\vec{i}, \vec{j}) \cdot [M] \quad où \quad [M] = \begin{bmatrix} \cos\theta & \sin\theta \\ -\sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \qquad (10)$$

A partir de la matrice de changement de base, on peut exprimer les relations entre les vecteurs force et déplacements exprimées dans les bases $(\vec{i}, \vec{j})$ et $(\vec{i}', \vec{j}')$. Elles sont données par les expressions (11) et (12).

$$\begin{Bmatrix} F_{1x} \\ F_{1y} \\ F_{2x} \\ F_{2y} \end{Bmatrix}_{(\vec{i}, \vec{j})} = \begin{bmatrix} \cos\theta & -\sin\theta & 0 & 0 \\ \sin\theta & \cos\theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \cos\theta & -\sin\theta \\ 0 & 0 & \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} F_{1x}' \\ F_{1y}' \\ F_{2x}' \\ F_{2y}' \end{Bmatrix}_{(\vec{i}', \vec{j}')} \qquad (11)$$

$$\begin{Bmatrix} u_1 \\ v_1 \\ u_2 \\ v_2 \end{Bmatrix}_{(\vec{i}, \vec{j})} = \begin{bmatrix} \cos\theta & -\sin\theta & 0 & 0 \\ \sin\theta & \cos\theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \cos\theta & -\sin\theta \\ 0 & 0 & \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_1' \\ v_1' \\ u_2' \\ v_2' \end{Bmatrix}_{(\vec{i}', \vec{j}')} \qquad (12)$$

En posant [R] = $\begin{bmatrix} \cos\theta & -\sin\theta & 0 & 0 \\ \sin\theta & \cos\theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \cos\theta & -\sin\theta \\ 0 & 0 & \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix}$ et en introduisant les relations (11) et (12) dans l'équation (8), on obtient

$$\{F\}_{(\vec{i}, \vec{j})} = [R]\{F'\}_{(\vec{i}', \vec{j}')} = [K]_{(\vec{i}, \vec{j})}\{u\}_{(\vec{i}, \vec{j})} = [K]_{(\vec{i}, \vec{j})}[R]\{u'\}_{(\vec{i}', \vec{j}')} \qquad (13)$$

D'où

$$\{F'\}_{(\vec{i}', \vec{j}')} = [R]^{-1} \cdot [K]_{(\vec{i}, \vec{j})} \cdot [R] \cdot \{u'\}_{(\vec{i}', \vec{j}')} = [K']_{(\vec{i}', \vec{j}')} \cdot \{u'\}_{(\vec{i}', \vec{j}')} \qquad (14)$$

On en déduit la matrice de rigidité $[K']_{(\vec{i}',\vec{j}')}$ (équation 15) de la barre horizontale exprimée dans un repère $(\vec{i}',\vec{j}')$ issue d'une rotation d'angle θ du repère $(\vec{i},\vec{j})$ lié à la barre (dont l'un des axes est colinéaire à celle-ci) et dont la matrice de rigidité dans ce repère vaut $[K]_{(\vec{i},\vec{j})}$.

$$[K']_{(\vec{i}',\vec{j}')} = [R]^{-1} \cdot [K]_{(\vec{i},\vec{j})} \cdot [R] \tag{15}$$

En posant λ = cos(θ) et μ = sin(θ), on arrive à l'expression finale (16) suivante :

$$[K']_{(\vec{i}',\vec{j}')} = \frac{E \cdot A}{L} \begin{bmatrix} \lambda^2 & \lambda u & -\lambda^2 & -\lambda\mu \\ \lambda\mu & \mu^2 & -\lambda\mu & -\mu^2 \\ -\lambda^2 & -\lambda\mu & \lambda^2 & \lambda\mu \\ -\lambda\mu & -\mu^2 & \lambda\mu & \mu^2 \end{bmatrix} \tag{16}$$

Grace à l'expression (16) on peut déterminer les matrices de rigidités élémentaires des 2 éléments du modèle tissu.

3. Matrices de rigidité élémentaires des éléments du modèle ondulé (tissu) et déduction de la matrice de rigidité globale.

Pour le premier élément délimité par les nœuds 1 et 2, la figure 2 montre que pour passer du repère $(\vec{i},\vec{j})$ lié à la barre au repère $(\vec{i}',\vec{j}')$, il faudra effectuer une rotation d'angle $\theta = -\theta_1 = -(\pi/2 - \alpha)$. On a alors

$$\lambda = \cos(\theta) = \cos(-(\pi/2 - \alpha)) = \sin(\alpha) \text{ et on pose } \gamma = \sin(\alpha) \tag{17}$$

$$\mu = \sin(\theta) = \sin(-(\pi/2 - \alpha)) = -\cos(\alpha) = -\beta \text{ avec } \beta = \cos(\alpha) \tag{18}$$

(17) et (18) dans (16) permet d'écrire

$$[K']_{1-2(\vec{i}',\vec{j}')} = \frac{E \cdot A}{L} \begin{array}{c} \begin{matrix} u_1 & v_1 & u_2 & v_2 \end{matrix} \\ \begin{bmatrix} \gamma^2 & -\gamma\beta & -\gamma^2 & \gamma\beta \\ -\gamma\beta & \beta^2 & \gamma\beta & -\beta^2 \\ -\gamma^2 & \gamma\beta & \gamma^2 & -\gamma\beta \\ \gamma\beta & -\beta^2 & -\gamma\beta & \beta^2 \end{bmatrix} \end{array} \begin{matrix} u_1 \\ v_1 \\ u_2 \\ v_2 \end{matrix} \tag{19}$$

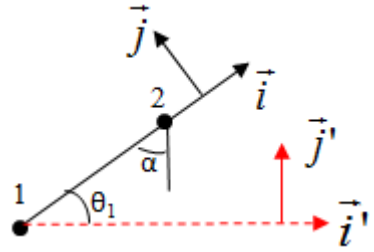


Figure 2 : illustration de l'angle θ_1 utile à la détermination de la matrice de rigidité élémentaire de l'élément délimité par les nœuds 1 et 2.

De même, pour le second élément (élément délimité par les nœuds 2 et 3) du modèle simplifié du tissu, la figure 4 montre que pour passer du repère $(\vec{i}, \vec{j})$ lié à la barre au repère $(\vec{i}', \vec{j}')$, il faut effectuer une rotation d'angle $\theta = \theta_2 = (\pi/2 - \alpha)$. On a alors

$$\lambda = \cos(\theta) = \cos(\pi/2 - \alpha) = \sin(\alpha) = \gamma \tag{20}$$

$$\mu = \sin(\theta) = \sin(\pi/2 - \alpha) = \cos(\alpha) = \beta \tag{21}$$

(20) et (21) dans (16) permet d'écrire

$$[K']_{2-3(\vec{i}',\vec{j}')} = \frac{E \cdot A}{L} \begin{array}{c} \begin{matrix} u_2 & v_2 & u_3 & v_3 \end{matrix} \\ \begin{bmatrix} \gamma^2 & \gamma\beta & -\gamma^2 & -\gamma\beta \\ \gamma\beta & \beta^2 & -\gamma\beta & -\beta^2 \\ -\gamma^2 & -\gamma\beta & \gamma^2 & \gamma\beta \\ -\gamma\beta & -\beta^2 & \gamma\beta & \beta^2 \end{bmatrix} \end{array} \begin{matrix} u_2 \\ v_2 \\ u_3 \\ v_3 \end{matrix} \tag{22}$$

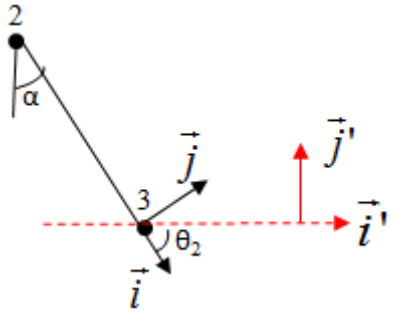


Figure3 : illustration de l'angle θ_2 utile à la détermination de la matrice de rigidité élémentaire des l'élément délimité par les nœuds 2 et 3.

A partir de ces 2 matrices élémentaires, nous pouvons procéder à l'assemblage et en déduire la matrice de rigidité globale, c'est-à-dire de tout le système. Elle est donnée par :

$$[K']_{globale(\vec{i}',\vec{j}')} = \frac{E \cdot A}{L} \begin{array}{c} \begin{matrix} u_1 & v_1 & u_2 & v_2 & u_3 & v_3 \end{matrix} \\ \begin{bmatrix} \gamma^2 & \gamma\beta & -\gamma^2 & -\gamma\beta & 0 & 0 \\ \gamma\beta & \beta^2 & -\gamma\beta & -\beta^2 & 0 & 0 \\ -\gamma^2 & -\gamma\beta & 2\gamma^2 & 0 & -\gamma^2 & \gamma\beta \\ -\gamma\beta & -\beta^2 & 0 & 2\beta^2 & \gamma\beta & -\beta^2 \\ 0 & 0 & -\gamma^2 & \gamma\beta & \gamma^2 & -\gamma\beta \\ 0 & 0 & \gamma\beta & -\beta^2 & -\gamma\beta & \beta^2 \end{bmatrix} \end{array} \begin{matrix} u_1 \\ v_1 \\ u_2 \\ v_2 \\ u_3 \\ v_3 \end{matrix} \tag{23}$$

On peut remarquer que les matrices élémentaires et globales sont toutes symétriques. Ayant déterminé la matrice de rigidité globale, on peut maintenant résoudre l'équation (2) avec les conditions aux limites du modèle tissu illustré à la figure 1. L'équation (2) s'écrit alors

$$\begin{Bmatrix} F_{1x} \\ F_{1y} \\ F_{2x}=0 \\ F_{2y}=-k\cdot v_2 \\ F_{3x}=F \\ F_{3y} \end{Bmatrix} = \frac{E\cdot A}{L}\begin{bmatrix} \gamma^2 & \gamma\beta & -\gamma^2 & -\gamma\beta & 0 & 0 \\ \gamma\beta & \beta^2 & -\gamma\beta & -\beta^2 & 0 & 0 \\ -\gamma^2 & -\gamma\beta & 2\gamma^2 & 0 & -\gamma^2 & \gamma\beta \\ -\gamma\beta & -\beta^2 & 0 & 2\beta^2 & \gamma\beta & -\beta^2 \\ 0 & 0 & -\gamma^2 & \gamma\beta & \gamma^2 & -\gamma\beta \\ 0 & 0 & \gamma\beta & -\beta^2 & -\gamma\beta & \beta^2 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_1=0 \\ v_1=0 \\ u_2 \\ v_2 \\ u_3 \\ v_3=0 \end{Bmatrix} \qquad (24)$$

En posant $K=\frac{E\cdot A}{L}$ la raideur longitudinale de la barre de longueur L et de section droite A, l'équation (24) permet d'avoir la relation

$$F=\left[K\cdot\gamma^2\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right)\right]\cdot u_3 \quad\Rightarrow\quad \frac{F}{A}=\left[\frac{K\cdot\gamma^2\cdot 2L\sin(\alpha)}{A}\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right)\right]\cdot\frac{u_3}{2L\sin(\alpha)} \qquad (25)$$

Or d'après l'équation (3), $\sigma_{xx}=\frac{F}{A}$; $\varepsilon_{xx}=\frac{u_3}{L_0}=\frac{u_3}{2L\sin(\alpha)}$. (3) dans (25) permet d'écrire

$$\sigma_{xx}=\left[\frac{K\cdot\gamma^2\cdot 2L\sin(\alpha)}{A}\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right)\right]\cdot\varepsilon_{xx}=E_x\cdot\varepsilon_{xx} \qquad (26)$$

L'équation (26) permet de déduire le module élastique longitudinal du modèle tissu qui vaut

$$\begin{aligned} E_x &= \frac{K\cdot\gamma^2\cdot 2L\sin(\alpha)}{A}\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right)=\frac{E\cdot A\cdot\gamma^2\cdot 2L\sin(\alpha)}{L\cdot A}\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right) \\ &= 2\cdot E\cdot\gamma^3\left(\frac{1}{2}-\frac{\beta^2}{\frac{k}{K}+2\beta^2}\right) \quad \text{avec } \gamma=\sin(\alpha);\ \beta=\cos(\alpha) \end{aligned} \qquad (27)$$

L'expression (27) est la formule analytique finale donnant le module longitudinal E_x du tissu en fonction du module E de l'UD, et en prenant en compte l'influence de l'ondulation des mèches dans le tissu. Cette influence est représentée par la dépendance de ce module à l'angle au sommet de l'ondulation (α). On peut noter que ce module est extrêmement sensible à l'angle au sommet de l'ondulation car varie comme une puissance cubique de $\sin^3(\alpha)$ dont la valeur oscille entre 0 et 1. C'est dire que la moindre ondulation peut avoir des effets très importants sur le module d'une mèche ondulée par rapport à une mèche UD. Ainsi, nous avons là une expression analytique qui démontre que la présence de mèches dans le sens transverse du matériau affecte de façon sévère le module

longitudinal, même si ces mèches sont en faible proportion et même si elles génèrent des ondulations de faible amplitude.

Par ailleurs, on remarque aussi que le module E_x dépend du rapport k/K, qui est le rapport entre les constantes de raideur transverse (k) du fil de trame et longitudinale (K) du fil de chaine. Les raideurs étant des grandeurs proportionnelles aux modules d'YOUNG, on aura l'équivalence

$$\frac{k}{K} \equiv \frac{E_{T_{trame}}}{E_{L_{chaine}}} = \frac{E_{T_{trame}}}{E} \tag{28}$$

En introduisant la relation (28) dans l'équation (27), on obtient

$$E_x = 2 \cdot E \cdot \gamma^3 \left(\frac{1}{2} - \frac{\beta^2}{\frac{E_{T_{trame}}}{E} + 2\beta^2}\right) \quad \text{avec } \gamma = \sin(\alpha); \beta = \cos(\alpha) \tag{29}$$

Pour vérifier la validité de la formule (27), on peut chercher à retrouver le module de l'UD à partir de cette dernière. Pour un UD, on aura α=90°. En remplaçant dans la formule (27), on retrouve bel et bien *Ex = E*. ce cas limite permet de valider la formule.

4. Applications.

Considérons un matériau composite à matrice organique tissé constitué de mèches ayant un taux volumique de fibres de carbone de 60%. Si on suppose des fibres hautes résistances de 250 GPa de module longitudinal, les formules d'homogénéisation analytiques [Berthelot, 2005] nous permettent d'approximer les modules longitudinaux et transverses des mèches qui sont assimilables à des matériaux UD. On aboutit à E_L = E = 145GPa pour le module et à E_T = 12GPa pour le module transverse. On peut alors avoir une approximation du rapport $\frac{E_{T_{trame}}}{E} = \frac{12}{145} \approx 0{,}083$.

- Si on considère une très légère ondulation d'environ 5° (c à d α=85°) comme c'est le cas dans les quasi-UD, la relation (29) permet d'obtenir

  $E_x = 0{,}83E \approx 120\,\text{GPa}$

  Ainsi, on perd jusqu'à 20% de rigidité avec une ondulation presqu'insignifiante.

- Si on considère le cas du carbone/PEEK satin 5 étudié dans la thèse, les mèches avaient des formes elliptiques de grand axe a~1,54mm et de petit axe b~0,18mm. Si on considère la figure 4, on peut faire une approximation de l'angle au sommet de l'ondulation donné par $Tan(\alpha) \approx \frac{a}{2b} \approx 0{,}083 \Rightarrow \alpha \approx 77°$. En introduisant cette valeur dans la formule (29), on obtient

  $E_x = 0{,}42E \approx 60\,\text{GPa}$.

On constate qu'on obtient bien une valeur de module longitudinal en traction qui est tout à fait dans l'ordre de grandeur des valeurs obtenues sur les satins étudiées dans la thèse.

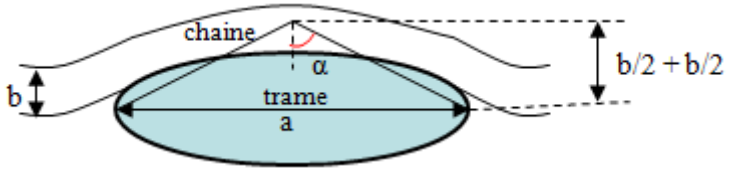


Figure 4 : approximation de l'angle au sommet de l'ondulation dans le tissu satin de 5 carbone/PEEK.

.

Conception et caractérisation mécanique des pièces en matériaux composites moulées par compression

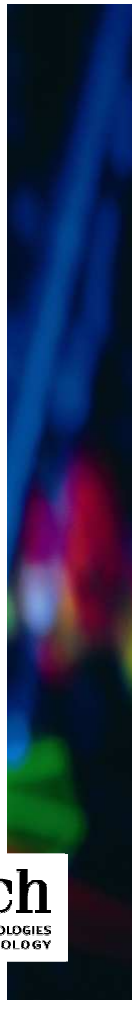
RESUME : Si l'emploi des matériaux composites dans l'aéronautique est déjà effectif sur des éléments de structures principales et de grande taille, leur généralisation aux structures secondaires bute sur leur positionnement en termes de coûts et performances face aux métaux. Il s'agit dans ce travail de contribuer à la mise en place d'une filière française de pièces composites hautes performances à bas coûts en s'appuyant sur un procédé de moulage en grande série, à savoir le thermoformage à haute pression. Ainsi, il a été question dans un premier temps d'optimiser ce procédé vis-à-vis des principales matières rencontrées dans les structures aéronautiques. Ensuite, les stratifiés moulés ont été caractérisés et les effets des conditions environnementales sévères (humidité, température, impact) sur leur comportement mécanique étudiés. Par ailleurs, réduire les coûts des pièces signifie également réduire les coefficients de sécurité qui restent très élevés pour les pièces composites. Cela passe par une meilleure prédictibilité de la rupture des matériaux et du comportement mécanique au-delà du linéaire. Sur le carbone/PEEK satin de 5 pris comme matériau d'illustration, les phénomènes non linéaires (viscoplasticité) ainsi que les mécanismes d'endommagement et de rupture ont été étudiés. Un accent particulier a été mis sur le délaminage et un critère permettant de prédire son amorçage a été proposé. La possibilité de faire des modèles éléments finis des pièces directement à l'échelle mésoscopique (du pli) a été également explorée et laisse entrevoir des pistes prometteuses pour des dimensionnements plus sûrs et donc moins conservatifs.

Mots clés : composites carbone/polymères ; thermoformage ; caractérisation mécanique ; Modélisation par éléments finis ; délaminage ; critères de rupture.

Design and mechanical characterization of composite parts made by hot pressing moulding

ABSTRACT : If the use of composite materials is already effective on elements of main structures and large size parts, their generalization to secondary parts is not effective due to their cost and their performances compared to metals. The framework of this thesis is to contribute to the establishment of a French chain of high performance composite parts at low cost. Thus, it was initially question of optimizing the process vis-à-vis the main composite materials used in the aerospace structures. Then, the molded laminates were characterized and the effects of severe conditions (humidity, temperature, impact) on their mechanical behavior were studied. Also, reduce the cost of parts also means reducing the safety factors which remain very high. This requires a better prediction of the failure and the mechanical behavior beyond the linear. Taking the five harness satin weave carbon/PEEK material as example, non-linear phenomena (viscoplasticity), damage mechanisms and failure criteria were studied, with particular emphasis on the delamination. The possibility to perform finite element analysis of the parts directly at the mesoscopic scale (ply-scale) was also explored and suggests promising expectations for a less conservative sizing of composite structures.

Keywords : carbon/polymer composites; thermoforming; mechanical characterization; finite element analysis; delamination; failure criterion.



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY