

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université 8 mai 1945 Guelma  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
Département de Génie Mécanique



## MEMOIRE DE MAGISTER

Option : **Mécanique des matériaux**

Par

**M. SAAIDIA Aziz**

Etude comparative du comportement mécanique de  
différents composites stratifiés

**Sous la direction du: Dr. A.BELBAH**

Devant le jury:

M. S.GUENFOUD	Président	Professeur à l'université de Guelma
M. A. BELBAH	Rapporteur	M/C à l'université de Guelma
M. M <sup>ed</sup> .A.YALLES	Examineur	Professeur à l'université de Guelma
M. A. BEZAZI	Examineur	Professeur à l'université de Guelma

**Année: 2012**

## **REMERCIEMENTS**

Je tiens tout d'abord à remercier vivement mon directeur de recherche, Monsieur Ahmed BELBAH, Docteur à l'Université de Guelma, pour la confiance et l'attention qu'il m'a accordés tout au long de ce travail, son aide et son sens de motivation m'ont été très utile pour mener à terme ce travail.

J'adresse également mes remerciements les plus vifs à M. GUENFOUD. Salah, Professeur à l'université de Guelma de m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance.

Mes plus vifs remerciements s'adressent, aussi à M. BEZAZI Abderrezak, Professeur à l'université de Guelma et M. YALLESE Med Athmane Professeur à l'université de Guelma qui ont bien voulu examiner ce travail et faire partie du jury de soutenance.

Je remercie M. ELAGGOUNE. S, Dr à l'UG de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire d'RDM.

J'aimerais également remercier M. AISSAOUI. Med. Z, Dr à l'UG, ses conseils et son sens de motivation m'ont été très utile pour mener à terme ce travail.

Je tiens à remercier tout le personnel du département de génie mécanique pour leur disponibilité, je cite M. AIB Med, M. MADI. A, GUENDOZ. A et Mme B. H.

Je tiens ensuite à remercier M. FNIDES.Med et M. DERABLA. T, pour l'aide qui m'ont donné.

Je remercie chaleureusement, ma famille, mes collègues et tous mes aimés.



## Résumé

Cette étude vise à comparer l'influence du type de vieillissement sur les propriétés mécaniques des stratifiés croisés à matrice thermodurcissable (époxy).

Elle traite l'effet de trois facteurs environnementaux, le vieillissement naturel, le gel et le rayonnement ultraviolet sur les propriétés de différents stratifiés composites verre/époxy, verre/carbone/époxy et verre/Kevlar/époxy couramment utilisés dans différents domaines tels que les transports, l'énergie, le nucléaire et le génie civil, etc. Une analyse bibliographique nous a permis la comparaison des comportements de ces stratifiés en fonction de la sollicitation et des conditions environnementales.

L'effet de la nature du vieillissement sur les propriétés mécaniques des stratifiés a été étudié. Le comportement des stratifiés face au vieillissement accéléré a été également étudié et les résultats de traction et de résilience obtenus sur différents stratifiés ont montré que ces stratifiés se comportent différemment.

Les stratifiés (A) et (B) sont caractérisés par une légère augmentation de leur rigidité et de leur résistance à rupture pour différents vieillissements.

Les stratifiés (C) et (D) possèdent une rigidité plus élevée que les stratifié A et B à cause de leur forte adhésion à l'interface fibres/matrice. Par conséquent, les propriétés mécaniques de ces matériaux ne sont pas significativement altérées par variation de la température.

Les observations visuelles sur des échantillons vieillis ont confirmé le changement d'aspect des stratifiés verre/époxy et verre/ Kevlar suite au vieillissement naturel (soleil) et sous UV.

**Mots-clés:** stratifiés, verre/époxy verre/carbone/époxy, verre/kevlar/époxy, traction, choc, vieillissement, UV, gel, naturel, délaminage.

## Abstract

This study aims to compare the influence of the type of aging on the mechanical properties of cross-laminated thermosetting matrix (epoxy).

This study examines the effect of three environmental factors, natural aging, freezing, and ultraviolet radiation on the properties of different composite laminate glass / epoxy, glass / carbon / epoxy and glass / Kevlar / epoxy commonly used in various fields such as transport, energy, nuclear and civil engineering, etc.. A literature review has allowed us to compare behavior of laminates based on stress and environmental conditions.

The effect of the nature of aging on the mechanical properties of laminates was studied. The behavior of laminated face accelerated aging was also studied and the results of tensile and impact on different laminate obtained showed that these laminates behave differently. Laminates (A) and (B) are characterized by a slight increase in their rigidity and their resistance to breakage for different aging.

Laminates (C) and (D) have a higher rigidity than laminate A and B because of their strong adhesion to the fiber / matrix interface. Therefore, the mechanical properties of these materials are not significantly affected by the temperature variation.

Visual observations on aged samples confirmed the change in appearance of laminated glass / epoxy and glass / Kevlar after natural aging (sun) and under UV.

Comparing the results with those reported in the literature are in good agreement and the effect of behavior under UV is the most significant.

**Keywords:** laminated glass / epoxy glass / carbon / epoxy, glass / kevlar / epoxy, traction, shock, aging, UV gel, natural delamination....

## ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى مقارنة تأثير نوع الشبخوخة على الخواص الميكانيكية للشرائح المتشابكة للمصفوفة المتجمدة بالحرارة (الإيبوكسي).

هذه الدراسة تعالج تأثير ثلاثة عوامل بيئية كالشبخوخة الطبيعية ، التجمد ، والأشعة فوق البنفسجية على خصائص مختلف مركبات صفائح الزجاج / الايبوكسي ، والزجاج / الكربون / الايبوكسي والزجاج / كيفلر / الايبوكسي الشائع استخدامها في مجالات مختلفة مثل وسائل النقل، الطاقة، الهندسة النووية والمدنية ، الخ. تحليل بيبلوغرافي قد سمح لنا مقارنة سلوك هذه الشرائح استناد إلى الإجهاد والظروف البيئية.

وقد درس تأثير طبيعة الشبخوخة على الخواص الميكانيكية للشرائح. كما تمت دراسة سلوك الشرائح في مواجهة الشبخوخة المسرعة ونتائج الجر والمرونة التي أجريت على مختلف الصفائح أظهرت أنها تتصرف بشكل مختلف

الشرائح (A) و (B) تتميز بزيادة طفيفة في الصلابة والمقاومة للكسر بالنسبة لمختلف أنواع الشبخوخة. الشرائح (C) و (D) لديها صلابة أعلى من مثيلاتها (A) و (B) بسبب التصاقها القوي في واجهة الألياف / المصفوفة. لذلك ، فإن الخواص الميكانيكية لهذه المواد غير متباينة عند التغيير في درجات الحرارة.

أكدت الملاحظات البصرية على عينات أجريت عليها تجارب الشبخوخة أن التغيير الظاهر يكمن في التغيير في المظهر لشرائح الزجاج / الايبوكسي والزجاج / كيفلر بعد الشبخوخة الطبيعية (الشمس) والأشعة فوق البنفسجية.

بمقارنة النتائج المتحصل عليها مع ما ورد في الكتابات نجد أنها على اتفاق جيد و أن الشبخوخة المستعملة بتأثير الأشعة فوق البنفسجية هي السلوك الأهم.

الكلمات الرئيسية: الصفائح، الزجاج / الايبوكسي، الزجاج / الكربون / الايبوكسي ، والزجاج / كيفلر / الايبوكسي ، الجر، الصدم، الشبخوخة الطبيعية، الأشعة تحت البنفسجية، التجمد

# Sommaire

Introduction générale	4
<b>Chapitre I. Etude bibliographique</b>	
I.1. Introduction	5
I.2. Matériaux composites	5
I.2.1. Définition.	5
I.2-2. Classification des matériaux composite	5
I.2.3. Domaines d'utilisation.	6
I.2.3.1. Construction automobile	6
I.2.3.2. Construction aéronautique	7
I.2.3.3. Secteur du bâtiment	8
I.2.3.4. Loisirs et sports	8
I.2.3.5. Autres domaines d'utilisation des composites	9
I.3. Matériaux composites à fibres	9
I.3.1. Définition.	9
I.3.2 Eléments constitutifs d'un matériau composite à fibres	10
I.4. Les matériaux composites à fibres de verre	13
I.5. Les matériaux composites à fibres de carbone	15
I.6. Les matériaux composites à fibres d'aramide	16
I.7. Matériaux composites structuraux.	17
I.7.1 Stratifiés.	17
I.8. Travaux antérieurs sur le comportement mécanique des matériaux composites.	19
I.8.1 Comportement thermomécanique (traction, choc, ....etc.) des matériaux composites.	19
I.8.2 Effets des grandes vitesses de sollicitation sur le comportement des matériaux composites.	27
I.8.3 Les différents types de vieillissement thermique	28
I.8.4 Influence de la température sur le comportement des matériaux composites stratifiés.	29
I.8.5 Influence des ultraviolets sur le comportement des matériaux composites stratifiés	31
I.8.6 Influence de l'humidité sur le comportement des matériaux composites	31
I.8.7 Mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites	32
I.9. Conclusion	36

## Chapitre II. Préparation des échantillons et Protocole expérimental

II.1.Introduction	37
II.2. Essais mécaniques uniaxiaux	38
II.2.1 Caractérisation Physique des matériaux composites de l'étude.	38
II.2.2 Découpage des éprouvettes et réalisation des différents tests de vieillissement	39
II.2.2.1 Présentation des éprouvettes analysées.	39
II.2.2.2. Réalisation des tests de vieillissement.	41
II.2.2.2.1. Généralités sur le vieillissement des matériaux composites	42
II.2.2.2.1.1. Définition	42
II.2.2.2.1.2. Origine du vieillissement chimique.	42
II.2.2.2.1.3. Vieillissement physique	42
II.2.2.2.1.4. Conséquences du vieillissement par photo-oxydation.	43
II.2.2.2.2. Différents tests de vieillissement	43
II.2.2.2.2.1. Vieillissement naturel	43
II.2.2.2.2.2. Vieillissement artificiel	43
II.2.2.2.2.3. Le vieillissement accéléré	44
II.2.3. Essais de traction (quasistatiques)	45
II.2.3.1. Eprouvettes de l'essai	45
II.2.3.2. Nombre des éprouvettes utilisées	46
II.2.3.3. Norme sur l'essai de traction	46
II.2.3.4. Réalisation de l'essai	47
II.2.3.4.1. Objectif	47
II.2.3.4.2. Machine d'essai	47
II.2.4 Essais dynamiques	49
II.2.4 1. Essais de choc (Charpy) ou de résilience	49
II.2.4 1.1. Introduction	49
II.2.4 1.2. Principe de l'essai Charpy	50
II.2.4 1.3. Manipulation et déroulement des essais	52
II.2.4 1.4. Eprouvettes	52
II.2.4 1.5. Réalisation de l'essai	53
II.2.5 Caractérisation microscopique	53
II.3 Conclusion	54

## Chapitre III Etude expérimentale

III .1. Introduction	56
III.2. Résultats et discussions	56
III.2.1 Caractérisation des matériaux composites.	56
III.2.1.1 Résultats des tests de calcination.	56
III.2.2. Observations visuelles.	57
III.2.3. Caractérisation mécanique.	59
III.2.3.1 Essai de traction.	59
III.2.3.2 Essai de choc.	68
III.2.4 Caractérisation macroscopique et microscopique.	75
III.2.4.1 Modes d'endommagement et faciès de rupture obtenus par traction.	76
III.2.4.2 Modes d'endommagement et faciès de rupture obtenus par choc.	69
III.2.5 Discussions	88
III.3. Conclusion	89
Conclusion générale	90
Références bibliographiques	91

# **Introduction générale**

## **Introduction**

Les matériaux composites à matrice organique (CMO) sont positionnés par leurs excellentes propriétés spécifiques comme des candidats évidents pour le remplacement des matériaux traditionnels dans des domaines aussi divers et exigeants tels que les transports, l'énergie, le nucléaire et le génie civil. Ils allient de bonnes propriétés mécaniques et une faible densité et peuvent permettre d'améliorer les performances et d'accroître la longévité des structures.

Les mécanismes de vieillissement des CMO sont très divers et peuvent varier en fonction de la résine, des conditions de vieillissement, de la pression d'oxygène, mais aussi en fonction des conditions de mise en œuvre, de l'état de référence (cycle de cuisson, vitesse de refroidissement, contraintes internes), de la structure des matériaux (géométrie). Ils n'impliquent pas forcément une dégradation des propriétés mécaniques, bien que dans le cas des matériaux composites pour des applications structurales ce soit ces propriétés qui servent à définir le dimensionnement.

De tels matériaux sont très sensibles à des contraintes environnementales (humidité, température, rayonnement UV etc.) et mécaniques qui peuvent créer des dégradations irréversibles et rendre une pièce inutilisable. C'est pour cette raison que ce travail a été entrepris et qui est réparti en trois chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, il comporte une définition générale sur les matériaux composites, les différents types et leurs domaines d'utilisation, ainsi les matériaux composites utilisés dans cette étude et dans la littérature.

Dans le second chapitre sont présentés les caractéristiques des matériaux de l'étude, la découpe des plaques en échantillons selon la norme ASTM, les conditions de vieillissement retenues et les différents moyens expérimentaux utilisés.

Le troisième chapitre est une étude expérimentale des différents types stratifiés constitués de fibres unidirectionnelles verre, kevlar ou hybride (verre + carbone ou verre + kevlar) et une résine époxyde, ayant subis différents vieillissement. La présentation des essais de traction et de choc et de leurs résultats suivie par une discussion sur les effets de vieillissement sur les propriétés mécaniques.

# **Chapitre I**

## **Etude bibliographique**

## **I.1. Introduction**

Ce chapitre contient une revue bibliographique sur les divers aspects qui entourent la compréhension du comportement structural des composites. Le but du chapitre est d'indiquer les différents types des matériaux composites et leurs divers domaines d'applications puis, la signification de matériaux composites à fibres (la fibre de verre, la fibre de carbone et la fibre d'aramide), les matériaux composites structuraux et leurs éléments constitutifs (matrice époxy, renfort). Par la suite une revue de la littérature est présentée dans cette section traitant l'influence des sollicitations (traction et choc) et l'effet du vieillissement (température, humidité, ..... ) sur le comportement des stratifiés composites.

## **I.2. Matériaux composites**

### **I.2.1. Définition.**

Il existe différentes familles de matériaux : les métaux, les plastiques, les composites, etc.... Officiellement, la norme AFNOR NF T50-100 définit un matériau composite comme étant un produit solide comportant au moins deux phases physiques distinctes, composées d'un matériau de liaison et d'un matériau sous forme granulée, fibreuse ou lamellaire [1].

Dans son sens large, le mot composite signifie tout assemblage de deux ou plusieurs parties à caractéristiques différentes, afin d'obtenir un nouveau matériau avec de nouvelles caractéristiques.

Ce phénomène, qui permet d'améliorer la qualité de la matière face à une certaine utilisation (légèreté, rigidité à un effort, etc.), explique l'utilisation croissante des matériaux composites, dans différents secteurs industriels. Néanmoins, la description fine des composites reste complexe du point de vue mécanique.

### **I.2.2. Classification des matériaux composites**

Généralement les matériaux composites se classent en fonction :

\* De la nature de la matrice :

- Les composites à matrices organiques (CMO)
- Les composites à matrices céramiques (CMC)
- Les composites à matrices métalliques (CMM).

\* Du type du renfort :

- Les composites de fibres
- Les composites de particules
- Les matériaux composites laminés
- Une combinaison des deux ou des trois premiers [2]

\* Des caractéristiques :

- Les composites grandes diffusions (GD).
- les composites hautes performances (HP).

Les GD représentent 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort avoisinant 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'existe pas ou n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes. Les principaux constituants de bases sont les résines polyesters (95% des résines thermodurcissables) avec des fibres de verre (+ de 99% des renforts utilisés !). Renforts et matrices sont à des coûts voisins

Les HP, principalement utilisés dans l'aéronautique sont d'un coût élevé. Les renforts utilisés dans ce type de composite sont plutôt des fibres longues, leurs taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont ces renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux GD [1].

### **I.2.3. Domaines d'utilisation**

Les matériaux composites (à matrices métalliques, élastomères, polymères ou céramiques) offrent aux industriels et aux designers des possibilités nouvelles d'associer la fonction, la forme et les matériaux, au sein de réalisations, matériaux, systèmes de plus en plus performants. Grâce à leurs bonne tenue mécanique comparable aux matériaux homogènes comme l'acier et leurs faible masse volumique, les composites trouvent leurs principales applications dans le transport aérien (civil et militaire), maritime et ferroviaire, l'aérospatial, le bâtiment, ainsi que les sports et loisirs. Ces performances remarquables sont à l'origine de solutions technologiques innovantes.

#### **I.2.3.1. Construction automobile**

Dans le domaine automobile, la course aux économies d'énergie et aux limitations d'émissions de gaz polluants suscite un intérêt croissant de la part des constructeurs et équipementiers pour les matériaux légers. En parallèle, le souci constant de protéger automobilistes mais aussi piétons lors d'un choc, est à l'origine de normes de sécurité de plus en plus sévères.

Constitués de matériaux aux caractéristiques complémentaires, les composites apparaissent comme de bons candidats pour répondre à toutes ces exigences. Ils offrent en effet une faible densité, des propriétés mécaniques élevées et, de plus, présentent des propriétés intéressantes en terme d'absorption d'énergie.

En particulier, les matériaux composites à matrice polypropylène renforcée de fibres de verre continues ou coupées, sont désormais présentés pour différentes applications automobiles structurelles ou semi-structurelles.

L'utilisation de ces composites dans le secteur automobile remonte à des origines relativement anciennes (fin des années 1980), mais ne s'est généralisé que très récemment, comme le montrent les décisions récentes de grands constructeurs étrangers (Volvo, Mercedes) de développer des coffres et hayons. Les composites à matrice thermoplastique sont, par contre, de plus en plus fréquents.

### **I.2. 3.2. Construction aéronautique**

En construction aéronautique les composites à matrice métallique représentent en effet un enjeu majeur pour les applications aéronautiques (moteurs), car ils allient à la fois de hautes propriétés mécaniques, de supporter les niveaux de contrainte et de température visés dans le futur.

Contrairement aux applications automobiles, le coût élevé des composites à base de Kevlar ou de Carbone n'est pas rédhibitoire dans le domaine de l'aéronautique. Les composites époxy/Kevlar ou époxy/Carbone sont donc très utilisés dans la construction aéronautique pour leurs performances mécaniques supérieures et l'allègement qu'ils entraînent.

De son côté les composites de haute performance (HP) ont été longtemps confinés dans l'aéronautique civile à des pièces de structure secondaire (habillage intérieur, volets), plus rarement primaire et jamais à la voilure, car il se posait deux difficultés :

- Coûts élevés par rapport à l'aluminium,
- Risques de délaminage les interdisant de vol sur les structures aérodynamiques chargées.

La tendance actuelle veut que la part de composite dans les avions se substitue de plus en plus à celle de l'aluminium.

Certains obstacles à l'utilisation massive des composites sont progressivement levés, en particulier par des acteurs étrangers, par exemple :

- Dans le cadre du programme (*Advanced Composite Technology*) mené par la NASA et Boeing, mise au point d'un nouveau procédé permettant de développer des ailes en composites 20% moins chers qu'avec des matériaux conventionnels,
- Développement de composites à mémoire de forme mené par British Aerospace et Daimler Benz,
- Décision d'Airbus d'équiper les fuseaux de ses futurs A380 en technologie composite dite « glare »

La place future de l'aéronautique militaire au sein de l'industrie militaire de défense dépend fortement de notre capacité à proposer un leadership durable dans des technologies critiques, en particulier les matériaux.

Il est donc important d'amener les transformateurs de composites à profiter de l'intérêt du secteur pour ces nouvelles solutions.

### **I.2.3.3. Secteur du bâtiment**

Mis à part la fourniture de réparation et de renforcement des structures en béton, les composites ont relativement peu pénétré le secteur du BTP, notamment du fait:

- Du coût élevé comparé aux matériaux traditionnels ;
- D'une relative méconnaissance des architectes et bureaux d'études vis-à-vis des composites ;
- D'un manque d'information sur le cycle de vie (recyclage, durabilité).

Les qualités des composites (légèreté, résistance au feu, résistance mécanique et chimique, possibilité de créativité) sont cependant extrêmement prometteuses. Les fournisseurs de solutions composites (Acome, Uniject, Gimm Menuiseries, Owens Corning, etc.) ont développé de nombreux produits présentés au salon JEC d'avril 2000 : fenêtres, portes, substituts d'ardoise, renforts de poutres, etc.

Dans ce secteur également, l'origine française de leaders mondiaux du BTP (Bouygues, Vinci, etc.) est un atout fort pour le développement commercial des technologies composites.

### **I.2.3.4. Loisirs et sports**

Les constructeurs de matériels de sport et loisirs ont depuis longtemps adopté les composites, développés notamment par Shappe Technique et Ems Chimie (Suisse) ; ces nouveaux matériaux leurs ont permis de faire preuve d'une grande créativité, tout en présentant des propriétés mécaniques intéressantes qui ont, dans une large mesure, été à l'origine du développement récent des sports de glisse modernes. C'est précisément en utilisant des nouveaux matériaux (skis moulés et non stratifiés) que Salomon est devenu Co-leader mondial du matériel de ski, aux côtés d'un autre français Rossignol. Le leader mondial de la plaisance, le français Beneteau-Jeanneau, a su résoudre le problème de l'osmose, qui dégradait les premières coques composites à matrice organique, en améliorant encore ces matériaux.

L'environnement présente également un fort potentiel de débouchés pour les composites à matrices organiques, comme le démontrent les initiatives récentes du Pôle de plasturgie de l'Est ou du SIAAP (Syndicat Interdépartementale pour l'Assainissement de l'Agglomération Parisienne) de développer des matériaux composites pour leur équipement de traitement des eaux.

### **I.2.3.5. Autres domaines d'utilisation des composites**

Les matériels ferroviaires présentent de nombreuses possibilités d'utilisation pour les matériaux composites, comme le montrent :

- Les développements récents de l'entreprise allemande d'équipements de trains pendulaires, Comtas (Allemagne), secteur d'excellence où les acteurs européens font maintenant front commun,
- Le projet de Bombardier-ANF de réaliser des wagons en structure composite. L'équipement industriel (boîtes de stockage, isolation) et l'équipement électronique, représentent déjà 26% du marché des composites à matrice organique. Le potentiel plurifonctionnel des composites (alliant par exemple étanchéité et propriétés électriques) y est important. En électronique, les boîtiers céramiques pour microprocesseurs d'Agide, récemment introduite au Nouveau Marché, sont utilisés dans le monde entier.
- Les composites jouent un rôle croissant dans le secteur dentaire (implants) et biomédical (matériaux prothétiques), en dépit de fortes contraintes de biocompatibilité [3].

## **I.3. Matériaux composites à fibres.**

### **I.3.1. Définition.**

Un matériau composite de fibres (fibres reinforcement polymer- FRP) est, par définition, tout alliage ou matière première comportant un renfort sous forme filamentaire, ou dans des mots plus simples, c'est un plastique renforcé de fibres. Il nécessite l'association intime d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser, ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, l'interface. Contrairement aux matières premières classiques dont on connaît à l'avance les caractéristiques mécaniques, celles des composites ne sont réellement connues qu'après fabrication, car on réalise, en même temps, le matériau et le produit. Actuellement, les composites à matrice organique représentent plus de 99% des matériaux composites.

Les matériaux composites, tels qu'ils sont définis dans le cadre de cette étude, ont été volontairement limités à ceux constitués par :

- Une matrice organique, thermodurcissable (TD),
- Une structure de renfort constitué de fibres, qui peuvent être de verre, de carbone et d'aramide.

Ces deux constituants principaux reçoivent des additifs ou charges nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice. Ils permettent également de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés: pigments de coloration, agents anti-UV, charges ignifugeantes, isolation thermique ou acoustique [3].

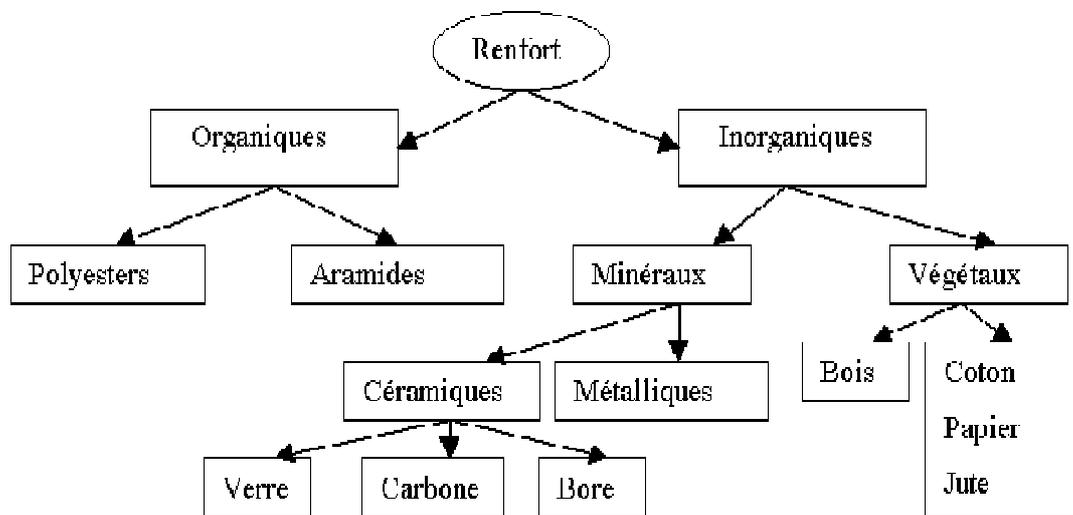
### I.3.2. Eléments constitutifs d'un matériau composite à fibres

Un matériau composite est constitué d'une ossature appelée **renfort** qui assure la tenue mécanique et d'une protection appelée **matrice**, ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, **l'interface**.

Ces éléments sont :

#### I.3.2.1. Renfort

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Il peut se présenter sous de nombreuses formes : fibres courtes (mat) ou fibres continues (tissus ou textures multidirectionnelles) en fonction de l'application envisagée.



Les fibres possèdent généralement une bonne résistance à la traction mais une résistance à la compression faible.

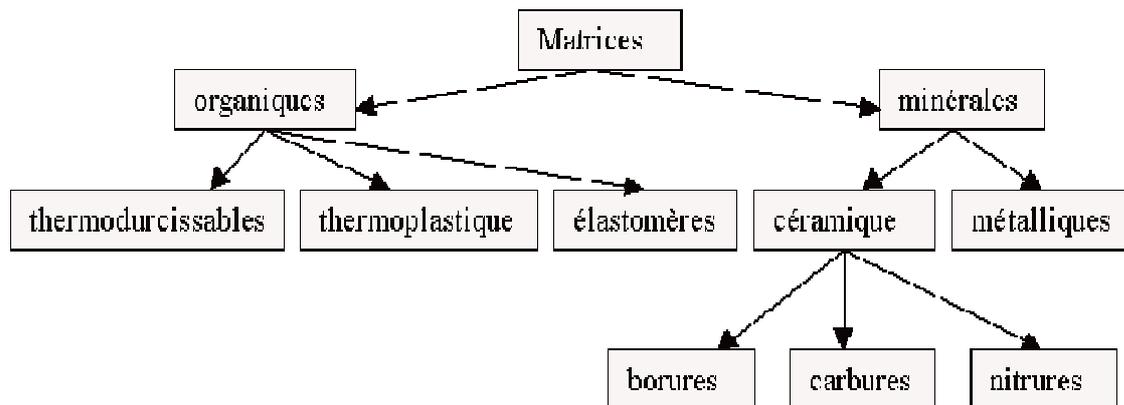
#### I.3.2.2. Matrices

Les matrices sont des matériaux isotropes. L'utilisation des matrices dans les composites permet de coller des fibres entre elles et de transférer des efforts aux fibres.

De plus, la matrice joue un rôle très important :

- Plier les fibres de renforts,
- Répartir les contraintes entre les fibres,
- Apporter la tenue chimique de la structure,
- Donner la forme désirée au produit final,

## 1. Les différentes familles de matrices



## 2. Types de résines

Dans le cas des CMO (composites à matrices organiques) les deux types de résines sont, actuellement, utilisées présentent des propriétés foncièrement différentes:

### 2.1 Résines thermoplastiques (TP)

Parmi les principales résines thermoplastiques utilisées dans les composites est le polyamide, ce polymère a une structure linéaire. Renforcés avec des fibres courtes (et, prochainement, avec des fibres longues) ces polymères se développent fortement. Ils sont mis en forme par chauffage (les chaînes se plient), et durcissent au cours du refroidissement (les chaînes se bloquent). La transformation est réversible.

### 2.2 Résines thermodurcissables (TD)

En général sont, associées avec des fibres longues. Ces polymères thermodurcissables ont la forme d'un réseau tridimensionnel ; Au cours de la Polymérisation, ce réseau se ponte (Double liaison de polymérisation) et durcit de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée. La transformation est irréversible.

Les résines thermodurcissables les plus utilisées dans les composites sont les résines polyesters, époxy [3].

### 2.3 Résine polyesters

Les résines polyester peu onéreuses qui sont généralement utilisées avec les fibres de verre et que l'ont retrouvent dans de nombreuses applications dans la vie courante.

Leurs avantages sont :

- Une bonne rigidité résultant d'un module d'élasticité assez élevée
- Une bonne stabilité dimensionnelle

- Une bonne mouillabilité des fibres et des tissus
- Une bonne résistance chimique aux hydrocarbures (essence, fuel ....etc) à température ambiante .....etc.

En plus des ces avantages, le développement de ces polyesters est le résultat :

- D'un faible coût de production.
- De leurs diversités offrant de multiples possibilités.
- D'une adaptation à des procédés de fabrication faciles à mettre en œuvre et à automatiser.

D'où un développement industriel sans cesse croissant suivant leur module d'élasticité, les résines polyesters sont classées en :

Résine souples résine, semi-rigides et résine rigides. Les résines habituellement utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont du type rigide.

Parmi les inconvénients notés on a :

- Une tenue médiocre en température : inférieur à 120<sup>0</sup>c en service continu
- Une sensibilité à la fissuration, essentiellement dans le cas de chocs
- Un retrait important de l'ordre de 8 à 10 %
- Un mauvais comportement à la vapeur, à l'eau bouillante avec risque d'hydrolyse, d'où la nécessité de recouvrir les matériaux composites à résines polyesters d'une couche de gel-coat de manière à les rendre étanches
- une dégradation à la lumière par les rayons ultraviolets
- une inflammabilité [4].

## 2.4 Résine Epoxydique

Les époxys sont des résines thermodurcissables qui réticulent de façon irréversible.

Elles polymérisent à l'aide d'un durcisseur et d'un accélérateur et ont une structure macromoléculaire tridimensionnelle. La polymérisation a lieu à température ambiante également. La faible absorption d'eau et l'absence de post-retrait assurent au polymère une bonne résistance aux divers agents chimiques. Ces deux propriétés permettent d'obtenir une protection importante contre la corrosion chimique.

Les polymères époxy ont de bonnes propriétés en traction, en flexion, en compression et une excellente tenue à la fatigue. Seule, la résistance aux chocs est un point faible.

### I.3.2.3. Interfaces

En plus de ces deux constituants de base, il faut rajouter : une interface qui assure la compatibilité renfort-matrice, qui transmet les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement

relatif. Bonne adhérence en couche fine ( $\mu$ ). Des produits chimiques entrent aussi dans la composition du composite, l'interphase etc. ... qui peuvent jouer sur le comportement mécanique, mais n'interviennent pratiquement jamais dans le calcul de structure composite.

#### **I.4. Les matériaux composites à fibres de verre**

Dans un composite à fibres de verre, les fibres, lui confèrent leurs caractéristiques mécaniques: rigidité, résistance à la rupture, dureté, ...etc.

##### **I.4.1. Les fibres de verre**

###### **I.4.1.1. Définition**

La fibre de verre est un filament de verre extrêmement fin (diamètres variant de 5 à 15  $\mu\text{m}$ ) [1]. Par extension, les matériaux composites basés sur cette fibre (généralement associés avec des polymères) sont aussi appelés fibre de verre.



Figure I.1. Ensemble de fibres de verre

**I.4.1.2 Types de fibre de verre :** Il existe plusieurs types de fibre de verre comme :

- **Fibre E** pour la composite grande diffusion (GD) ;
- **Fibre R** pour les composites hautes performances (HP).
- **Fibre C.**
- **Fibre AR.**

Pour la fabrication existes plusieurs types de compositions verrières sont utilisées comme matières premières, en fonction de l'usage spécifique qu'il sera fait de la fibre.

Les principaux producteurs sont : Saint Gobain Vetrotex, Owens Corning, PPG.

###### **I.4.1.3 Caractéristiques**

La fibre de verre a une très bonne :

- Adhérence entre fibres et résines (matrices) ;

- Propriétés mécaniques, mais inférieures à celles de la fibre de carbone.
- Propriétés d'isolation électrique acceptables pour la plupart des applications [5].

L'utilisation des fibres de verre dans les composites est principalement limitée par:

- une rigidité insuffisante pour certaines applications comme les pièces de structure primaire en aéronautique
- un vieillissement accéléré au contact prolongé de l'eau, des rayonnements UV ou de températures élevées.

#### **I.4.2. Architectures de renforcement.**

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des structures en composites, il est nécessaire de jouer sur la texture des renforts (leur architecture) pour créer une charpente résistante adaptée aux contraintes mécaniques.

En fonction des propriétés recherchées, on rencontre plusieurs architectures de renforcements figure I.2:

- Unidirectionnelles : les fibres parallèles peuvent se présenter sous deux formes :
  - Sans liaison particulière repliées par un fil (nappes).
  - Multidirectionnelles aléatoire:
    - Fibres coupées et broyées, sans arrangement particulier.
    - Feutre de fibres agglomérées par un liant: le mat peut être à fibres courtes (longueur < à 50mm), sans orientation particulière ou à fibres continues.
  - Orienté: le tissu comporte des fils de chaîne ou de trame (fibres bidirectionnelles).
    - Suivant le mode de croisement de la trame et de la chaîne, le tissu sera une toile, un sergé ou un satin.
    - Bidirectionnel: le tissu dans ce type est constitué par des bandes de fibres perpendiculaires.

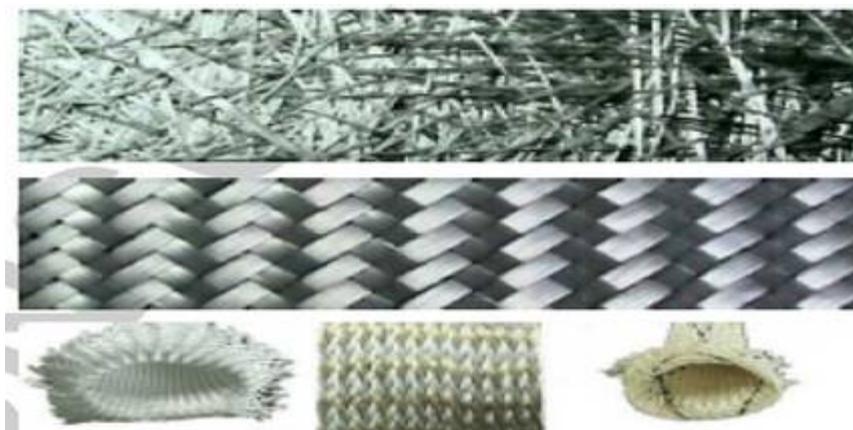


Figure I.2. Architectures de renforcement.

### I.4.3. Domaine d'application des fibres de verre

L'utilisation croissante de ces nouveaux matériaux (Figure I.3) trouve son origine dans les gains de poids qu'ils confèrent tout en améliorant les performances fonctionnelles ou de sécurité, pour une compétitivité prix d'autant plus favorable qu'ils peuvent faire l'objet de fabrication en grandes séries. Récemment, le secteur de l'équipement industriel a fait l'objet d'une forte demande en raison des investissements réalisés pour la génération d'énergie renouvelable, à l'exemple des pâles d'éoliennes qui sont faites de composites verre-résine. Suivant les applications et les produits, le taux pondéral de renfort verre peut varier entre 15 et 75 %. Les secteurs dans lesquels les matériaux renforcés verre-résine trouvent des applications sont très étendus, ce sont, par ordre d'utilisation décroissante :

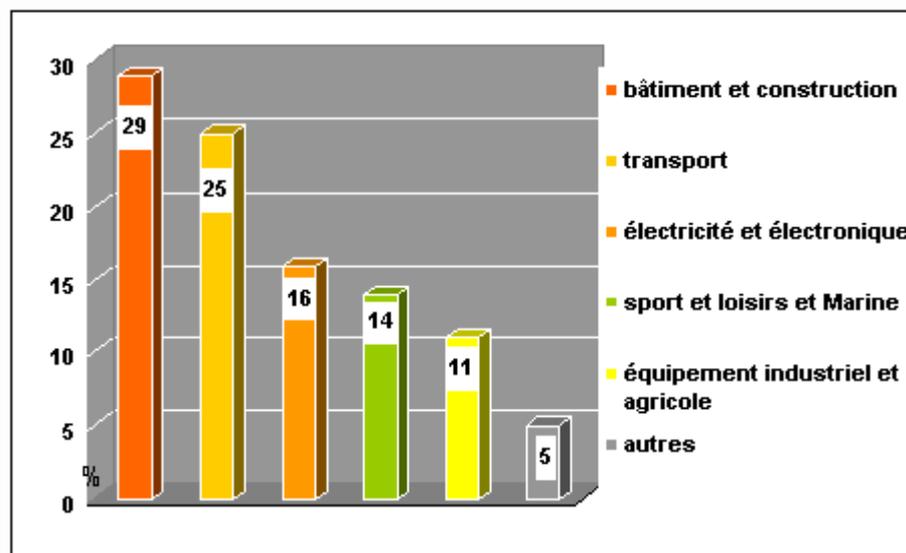


Figure I.3. Marché mondial de la fibre de verre de renforcement, par finalités.  
(Source: St Gobain-Vetrotex)

### I.5. Les matériaux composites à fibres de carbone

La production de **fibres de carbone** repose sur la maîtrise de la production des fibres acryliques, précurseurs traditionnels des fibres de carbone, de formule générique  $(\text{CH}_2\text{-CHCN})_n(\text{CH}_2\text{-CXY})_n'$  (acrylonitrile + comonomère) par la voie classique du solvant, dite ex-Pan. On opère par carbonisation de la fibre de polyacrylonitrile (PAN) sous atmosphère neutre d'azote dans des fours à pyrolyse de façon à ne conserver que la chaîne carbonée.

Selon la température de combustion, on distingue deux types de fibres :

- fibres haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 °C ;
- fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C.

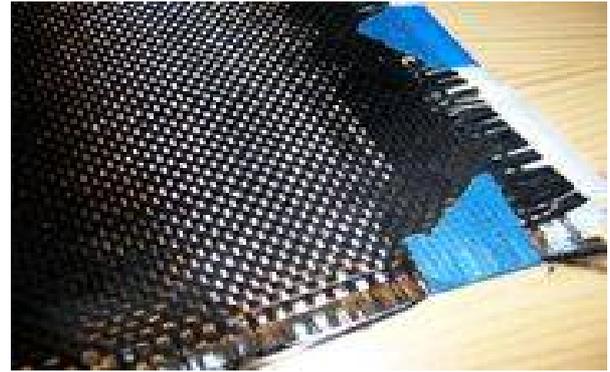


Figure I.4. Fibre de carbone tissé

A cause du prix relativement élevé l'utilisation de la fibre de carbone reste limitée aux secteurs de l'aéronautique, le spatial ainsi que les sports et loisirs de compétitions (Formule 1, mâts de bateaux).

Cependant, Les fibres de carbone souffrent aussi d'handicaps techniques qui limitent également leur utilisation pour certaines applications dans les composites:

- un allongement à la rupture insuffisant (inférieur à 2%) comparé à celui des fibres de verre et d'aramide (3 à 4%);
- une caractérisation encore insuffisante pour permettre une conception fiable à prix modéré.

### I.6. Les matériaux composites à fibres d'aramide

La **fibre d'aramide** est issue de la chimie organique des polyamides aromatiques (ou polyaramide) par synthèse chimique à basse température ; ses propriétés diffèrent des polyamides aliphatiques classiques (type PA 6-6, dit « Nylon ») ; on la nomme souvent « **Kevlar** », qui est la marque de son créateur, Dupont de Nemours.



Figure I.5. Fibre d'aramide

Les composites renforcés de fibres d'aramide offrent une bonne stabilité en température (jusqu'à 200°C en fonction de la matrice) mais souffrent :

- d'une adhérence moyenne entre matrice et fibre
- d'un prix encore trop élevé

Les fibres d'aramide sont utilisées dans les protections balistiques comme les gilets pare-balles.

## I.7. Matériaux composites structuraux

Généralement, on distingue deux sortes de matériaux composites structuraux: les stratifiés et les sandwichs.

### I.7.1 Stratifiés.

Les stratifiés sont formés de plusieurs couches élémentaires appelées monocouches. En effet, les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite, et sont formées d'une matière plastique (**résine**) renforcée d'un matériau fibreux (**renfort**). Les divers types de monocouches sont définis par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD ou réparties aléatoirement), à fibres tissées, ou à fibres courtes. La superposition de plusieurs monocouches dans la direction de l'épaisseur permet d'obtenir une structure composite stratifiée (**Figure I.5**). Par ailleurs, l'idée d'insérer un matériau moins dense entre deux peaux en composites stratifiés, autrement dit la construction sandwich (**Figure I.6**), a permis d'améliorer davantage la rigidité en flexion des matériaux composites.

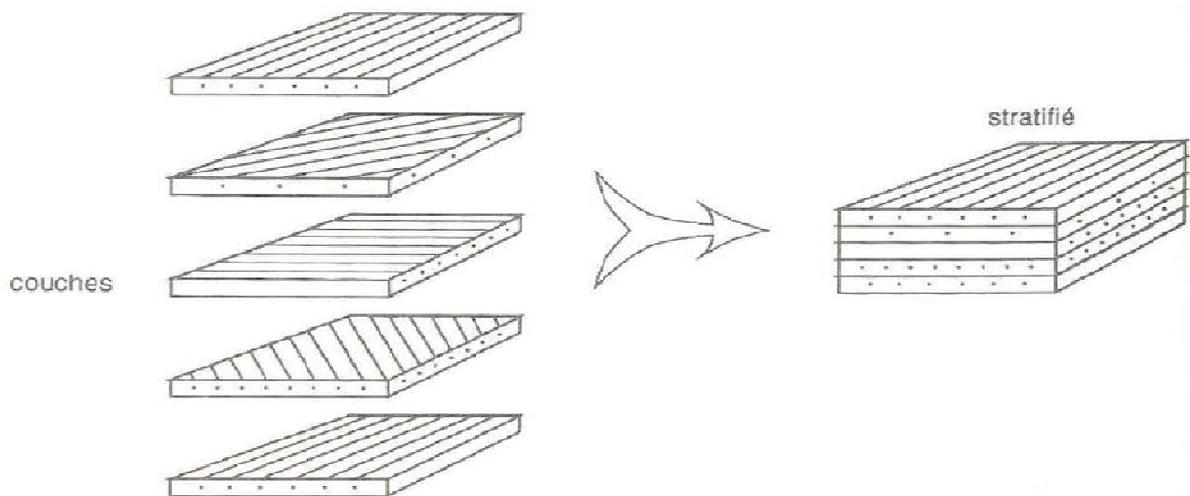


Figure I.6. Présentation d'une structure stratifiée.

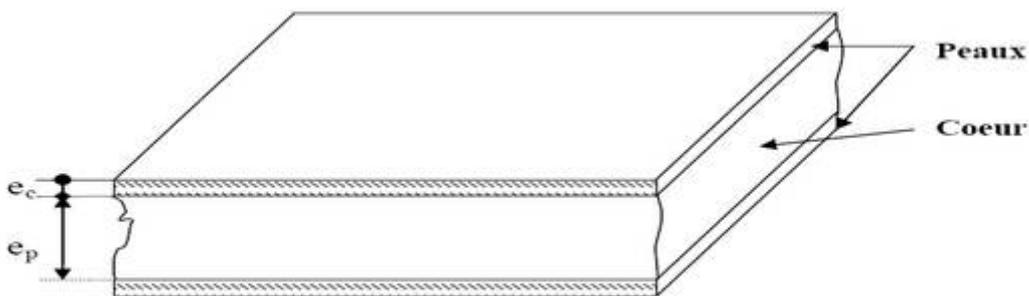


Figure I.7. Matériau sandwich.

### 7.1.1 Les plis composites ou Empilement.

La séquence d'empilement désigne, le nombre et l'orientation des couches successives en parcourant le stratifié d'une face à l'autre.

Un choix approprié de la séquence d'empilement ou autrement de l'orientation propre de chaque pli, confère aux structures composites stratifiées certaines caractéristiques mécaniques spécifiques importantes.

On pourra avoir des stratifiés de type :

1. Equilibré : stratifié comportant autant de couches orientées suivant la direction  $+\theta$  que de couches orientées suivant la direction  $-\theta$ .
2. Symétrique : Stratifié comportant des couches disposées symétriquement par rapport à un plan moyen.
3. Orthogonal : stratifié comportant autant de couches  $0^\circ$  que de couches à  $90^\circ$ .

#### 7.1.1.1 Les plis unidirectionnels (Monocouches).

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort: à fibres longues (unidirectionnelles UD (**Figure I.8**), réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes. Dans une nappe UD, les fibres sont assemblées parallèlement les unes par rapport aux autres à l'aide d'une trame très légère.

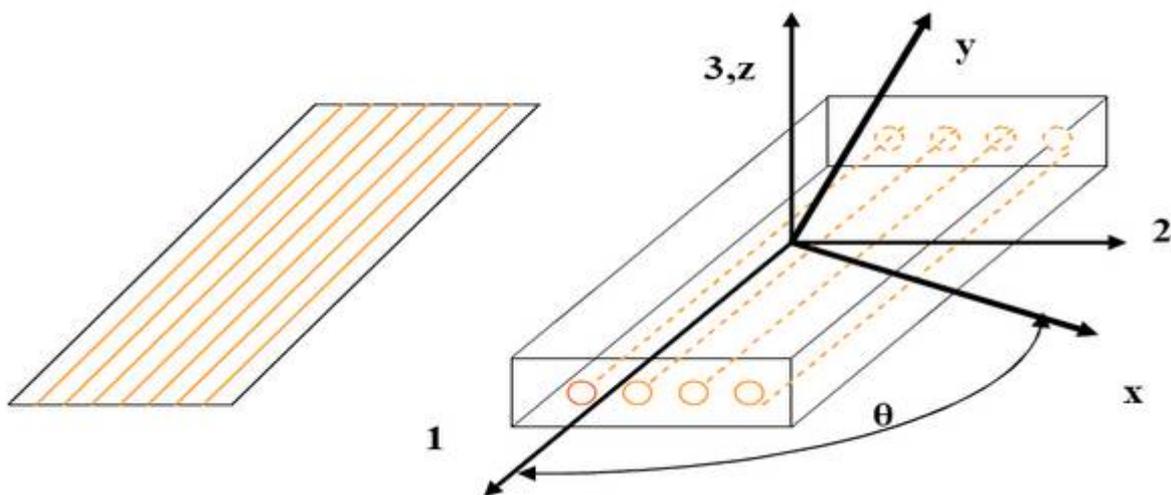


Figure I.8. Pli unidirectionnel

### 7.1.2 Domaines d'application

Au cours des années 1940, l'apparition de nouveaux matériaux d'âme a encouragé les principaux constructeurs d'avions militaires à utiliser davantage les composites sandwichs [4].

En effet, en 1943, la base aérienne américaine Wright-Patterson (WPAFB) a commencé à utiliser des structures sandwich avec des peaux stratifiées en résine polyester renforcée de fibres de verre liées entre elles par une âme de faible densité (balsa ou nid d'abeille en fibres de verre) pour fabriquer le fuselage de leur VULTEE BT-15 [6].

Ces dernières années, la plupart des avions civils ont également adopté cette construction pour de nombreux composants.

### **I.8. Travaux antérieurs sur le comportement mécanique des matériaux composites**

Des structures construites en matériaux composites sont utilisées de plus en plus par les industries de pointe telles que l'aéronautique, la construction navale, la fabrication de composants de série pour les automobiles, les équipements domestiques et les industries de loisir, etc.

Ces structures en composites sont susceptibles de s'endommager, puis de se rompre pendant des sollicitations rapides. Pour optimiser les dimensions des structures, il est nécessaire de connaître le comportement au dommage pour telles vitesses de sollicitations.

#### **I.8.1 Comportement thermomécanique (traction, choc, ....etc.) des matériaux composites**

Les métaux courants présentent à température ambiante des comportements en traction caractérisés par des déformations purement élastiques, les polymères, en particulier les thermoplastiques, subissent des déformations viscoélastiques dépendant des vitesses de sollicitations et des conditions imposées (température, humidité ....etc.).

L'emploi des plastiques a été longtemps limité aux applications où une bonne tenue mécanique n'était pas un critère important. Les expériences acquises dans l'utilisation des matériaux traditionnels homogènes montrent que leurs possibilités restent limitées dans certaines applications. La technologie moderne nécessite de plus en plus des matériaux à hautes propriétés mécaniques.

Depuis une trentaine d'années des efforts ont été déployés pour la fabrication et la caractérisation des matériaux composites à matrice organique et à fibres continues (verre, aramide et carbone ...) visent à lever cette limitation.

Dans la littérature le comportement des matériaux composites stratifiés a été étudié en traction quasi-statique et en dynamique, beaucoup d'études en quasi-statique et peu en dynamique.

Les stratifiés carbone/époxy (plis tissés ou plis unidirectionnels croisés) ont fait l'objet de plusieurs études. Thévenet [7] et Hug [8] ont effectuées des études sur un matériau tissé G803/914. Le premier a caractérisé en compression une configuration quasi-isotrope constituée d'un empilement  $[0^\circ, 45^\circ, 0^\circ, 45^\circ]_s$ . Lors d'un chargement quasi-statique ainsi qu'à plusieurs vitesses de déformation entre 40 et  $150 \text{ s}^{-1}$ , le comportement du composite a montré une allure

générale linéaire. Il a constaté que le module d'élasticité initial s'accroît quand la vitesse de déformation augmente. Par contre, il n'y avait pas d'influence significative de la vitesse de déformation sur les valeurs de contrainte et de déformation à rupture. Le second a étudié en traction une configuration orthotrope à symétrie quadratique constituée d'un empilement  $[45^\circ]_8$  chargé à  $45^\circ$  par rapport au tissu de renfort. L'objectif est de déterminer l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du stratifié par rapport à la direction de la charge, les essais de traction uni axiale ont été effectués à plusieurs vitesses de déformation comprises entre  $10^{-4}$  et  $10^2 \text{ s}^{-1}$ . Son étude a permis de montrer que le module d'élasticité apparent dans la direction de la charge est relativement insensible à la vitesse de déformation. Par contre, la vitesse de déformation joue sur le seuil du comportement non linéaire : pour les vitesses de déformation plus élevées, le domaine linéaire est étendu vers des valeurs de contrainte et de déformation plus élevées (**Figure I.9**). En plus, la contrainte maximale atteinte à  $60 \text{ s}^{-1}$  est 20% plus grande que celle du chargement quasi-statique. La déformation à rupture s'est avérée être plus difficile à déterminer, notamment lors des essais à vitesse élevée. Les résultats obtenus suggèrent que la déformation à rupture diminue quand la vitesse de déformation augmente (**Figure I.10**).

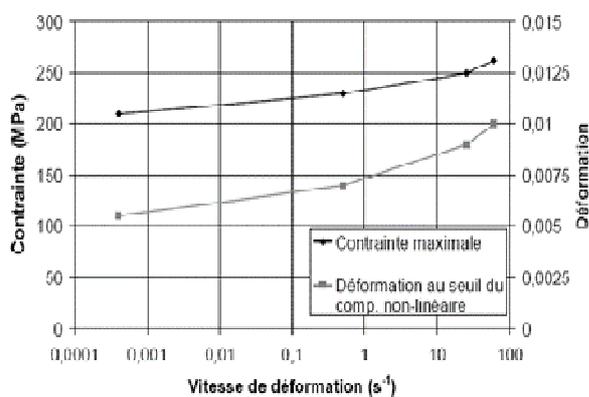


Figure I.9. Contrainte maximale et déformation au seuil du comportement non-linéaire tracées sur la vitesse de déformation.

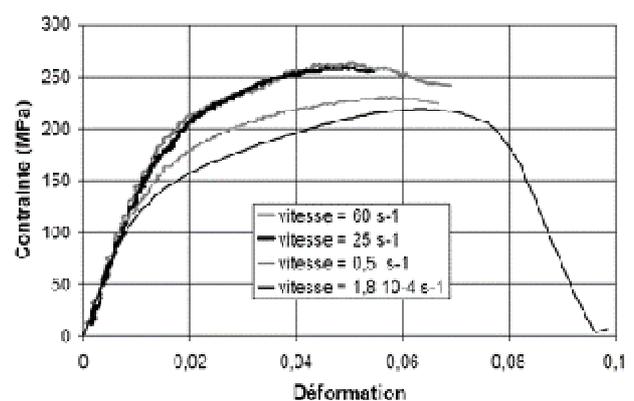


Figure I.10. Réponse du stratifié tissé G803/914 à un chargement de traction hors axe (à  $45^\circ$ ) pour plusieurs vitesses de déformation.

Un matériau comparable appelé G802/914 a été caractérisé par Hochard et Charles [9] pour identifier les paramètres d'un modèle décrivant le comportement du composite à l'échelle du pli. Il s'agissait d'un composite à base de la même résine époxy (914) renforcé par un tissu de carbone qui se distingue du G803 principalement par son motif de tissage (*satén 4* au lieu de *satén 5*). Chargé en traction quasi-statique dans le sens des fibres, ce matériau a affiché un comportement élastique-fragile jusqu'à rupture. Soumis à un chargement orienté à  $45^\circ$  par rapport au tissu, la montée linéaire élastique au départ était suivie par une grande zone de déformation non-linéaire

au-delà d'une déformation d'environ 0,5 %. Plusieurs mises en charge consécutives de la même éprouvette, chacune suivie par une décharge élastique, ont révélé une diminution significative du module élastique dans cette zone de non-linéarité. En plus, les cycles décharge-recharge se produisaient sous forme de boucles d'hystérésis, un comportement attribué par Hochard et Charles à des phénomènes d'endommagement: la décohésion entre fibres et matrice entraîne la dissipation d'énergie par frottement à l'interface entre les fibres déchaussées et la matrice. L'alternance entre adhésion et glissement des fibres fait apparaître les boucles d'hystérésis.

Deletombe et Delsart [10] ont étudié le comportement d'un stratifié tissé carbone/époxy non spécifié (« standard ») en traction, compression et cisaillement induit. Ce dernier désigne le chargement de composites (à fibres longues UD-croisées ou tissées) en traction à un angle de 45° par rapport aux fibres. Comme Hochard et Charles, Deletombe a trouvé un comportement linéaire en traction et en compression dans le sens des fibres. Par contre, un essai de cisaillement induit sur le même matériau (traction à 45° par rapport au tissu) a fourni un comportement fortement non linéaire avec une déformation à rupture d'environ 10%. Quand la vitesse de déformation est augmentée (jusqu'à 50s<sup>-1</sup>), la contrainte à rupture du matériau s'accroît considérablement. La grande zone de non-linéarité du composite chargé à 45° ainsi que l'importante déformation à rupture sont des résultats remarquables compte tenu du comportement généralement élastique fragile des composants seuls. Ces constats se trouvent pourtant confirmés par des études effectuées sur des empilements de plis unidirectionnels croisés [ $\pm 45$ ]<sub>ns</sub>.

Ladevèze et Le Dantec [11] ont caractérisé un empilement [ $\pm 45$ ]<sub>2s</sub> de plis UD de fibres T300 renforçant la même matrice époxy 914. Comme le composite tissé, ce matériau montre un comportement non-linéaire à partir d'une valeur « seuil » de déformation d'environ 0,25 %. Exprimée en termes de cisaillement, la contrainte à rupture s'élève à 92 MPa. Avec une valeur entre 3 et 3,5 %, la déformation à rupture du matériau semble relativement modeste.

Pour un matériau du même type, notamment un empilement [ $\pm 45$ ]<sub>ns</sub> de plis UD d'un composite carbone/époxy non spécifié, Deletombe et Delsart [10] ont confirmé ce comportement non linéaire sous un chargement orienté à 45° par rapport aux fibres. Comme auparavant pour le stratifié tissé, ils constatent une augmentation de la contrainte à rupture quand la vitesse de déformation s'accroît (gamme de vitesses étudiées: 10<sup>-3</sup> à 50 s<sup>-1</sup>). Aucher et Vielle [12] ont étudié le comportement mécanique et l'influence d'un trou sur des stratifiés tissés carbone (type satin de 5) à matrice TP et TD. Une configuration quasi-isotrope à empilement [0/45/0/45/0/45/0] de 7 plis est testée à deux températures différentes (ambiante et 130°C). Leur étude a permis de conclure que les matériaux possèdent un comportement élastique-fragile, avec une très faible non

linéarité. Cette très faible non linéarité du comportement est principalement associée à la rupture progressive des fibres orientées à  $0^\circ$  lors de la sollicitation.

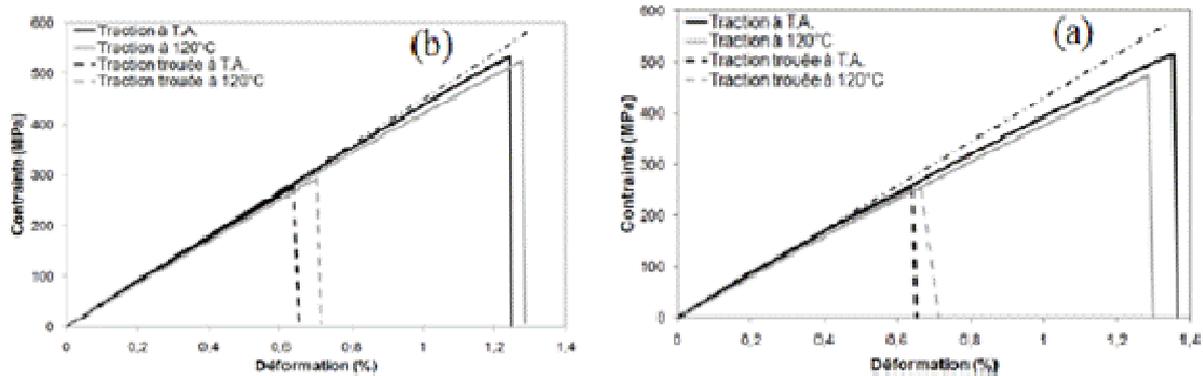


Figure I.11. Influence de la température sur le comportement en traction lisse et trouée :  
(a) carbone/PPS – (b) carbone/époxy

D'autres auteurs ont étudiés le comportement des stratifiés en fibres de verre tissé, fibres courtes ou longues renforcés par différentes matrices. Bonnet [13] a étudié le comportement mécanique de deux matériaux en fibre de verre renforcés par une matrice polypropylène, le TWINTEX (tissu satin de 3 avec un tissage déséquilibré) et le PP-FVC (fibres de verre longues) sous sollicitations statiques et dynamiques. Les essais réalisés à vitesse quasi-statique ( $<10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) sont des essais de traction, de compression, de charge-décharge et de traction compression accompagnés d'observations microscopiques et en dynamique ( $\geq 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) consiste en la réalisation d'essais de traction. Son étude a permis d'identifier les phénomènes dissipatifs prépondérants et les effets de la vitesse sur le comportement des deux matériaux étudiés (Figure I.12), ensuite de proposer un modèle de comportement unifié, valable pour des sollicitations statiques et dynamiques.

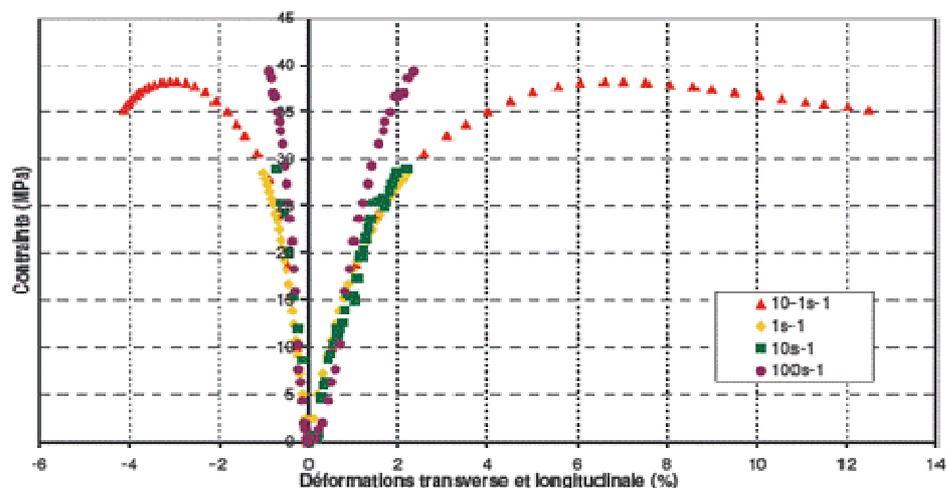
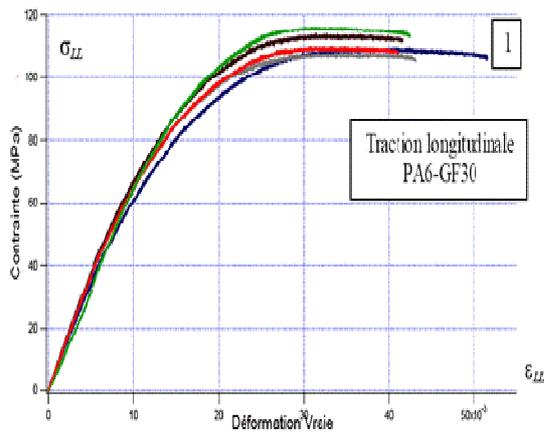
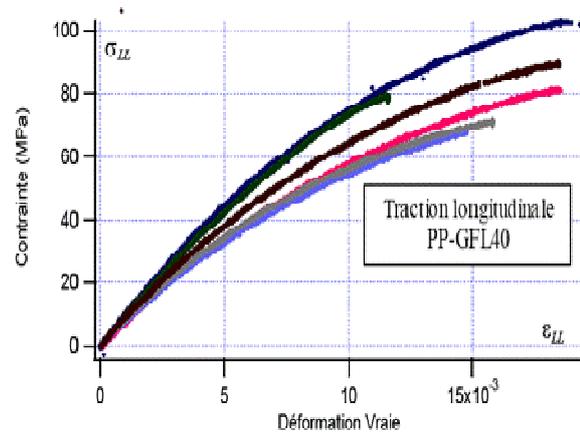


Figure I.12. Essais de traction à différentes vitesses de sollicitation entre  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  et  $100 \text{ s}^{-1}$  sur éprouvettes de matrice PP

Nouri [14] a réalisé des essais mécaniques, en quasi statique sur des éprouvettes normalisées en polyamide 6 (PA6) renforcé par des fibres de verre courtes (PA6-GF30) et le polypropylène (PP) renforcé par des fibres de verre longues (PP-GFL40) usinées à partir des plaques injectées. Ces essais ont permis de déterminer les propriétés mécaniques en termes d'élasticité et de rupture ainsi que les cinétiques d'endommagement des deux matériaux de l'étude dans les directions (L) et (T). Leur étude a montré que les matériaux ont des comportements élastiques endommageable différents selon la direction (L) et (T) (**Figure I.13**). Cette différence de comportement quasi-statique est due principalement à la répartition du renfort induit par le procédé d'injection.



a) Eprouvettes en PA6-GF30



b) Eprouvettes en PP-GFL40

Figure I.13. Courbes contrainte déformation obtenues à partir des essais de traction réalisés sur des éprouvettes : a) PA6-GF30 et b) PP-GFL40 dans la direction longitudinale.

Tadjine et Baccouche [15] ont présenté une technique de mesure des déplacements et de déformations couplée avec un essai de traction classique permettant de déterminer les propriétés mécaniques tridimensionnelles d'un matériau composite hybride à renforts tissés verre/perlon imprégnés dans une résine de méthacrylate de méthyle prothétique. La technique de mesure est effectuée à l'aide d'une caméra numérique (CCD) permettant d'enregistrer des séquences d'images numériques à des intervalles réguliers. Les résultats obtenus ont permis de déterminer les champs de déplacement et de déformation suivant les différents axes et en transverse, et ont montrés l'importance de la séquence d'empilement et son incidence sur le comportement mécanique du composite stratifié, de même que pour la thermographie infrarouge.

Hachemane et Mir [16] ont étudié expérimentalement la caractérisation mécanique d'un nouveau matériau composite hybride verre-acier/époxy en traction. A partir des résultats obtenus, ils ont conclu que lors de l'essai de traction, la variation de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale se fait selon deux allures (**Figure I.14**) linéaire et parabolique.

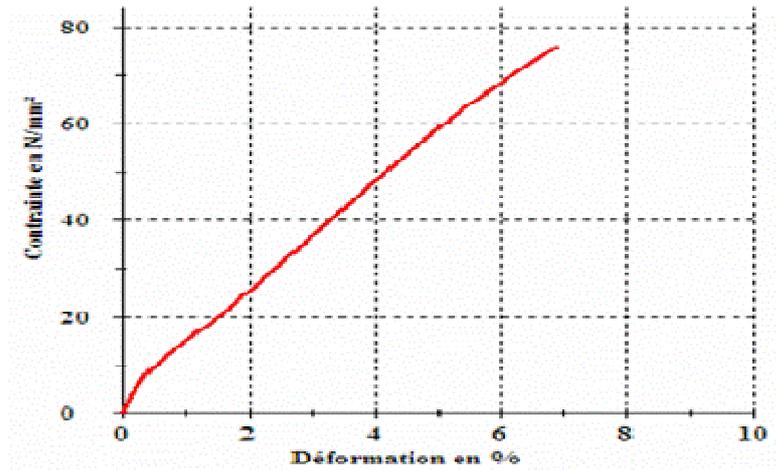


Figure I.14. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale pour l'hybride verre-acier/époxy (Courbe moyenne)

Certains auteurs ont étudié le comportement au choc des matériaux composites à matrice organique. Guillaumat et Many [17] ont étudié la tenue à l'impact des poutres en matériau composite stratifié à base de fibres de Carbone/Epoxy du type pré-imprégné équilibré sergé de 2 et une résine polymère thermodurcissable (type Epoxyde M9.6) et ont mis en évidence les différences de comportement en comparaison avec des éprouvettes métalliques. Le stratifié est composé d'un empilement de 8 couches de tissus, soit une épaisseur totale approximative de 4,2mm avec un taux de fibres estimé à 56%. Les éprouvettes sont impactées au centre définissant alors une configuration du type flexion trois points en utilisant une tour de chute de type masse tombante mettant en jeu une énergie maximale de l'ordre de 700 joules (25kg pour 2,8m). Les résultats de leurs études montrent une forte influence des dimensions de la pièce sur les réponses mécaniques et une différence d'endommagement entre les métaux usuels impactés et le matériau de l'étude. L'explication vient de la capacité pour les métaux à se déformer plastiquement alors que le carbone/époxy travaille de manière élastique jusqu'à certaines valeurs critiques responsables de ruptures irréversibles. Paris et Hamelin [18] ont étudié le comportement au choc perforant de plaques en matériaux composites renforcés par un tissu de verre satin de 8. Les plaque stratifiés de préimprégnés verre/époxy 1581/ES67 sont constitués de 12 plis et d'une fraction volumique de 41% de fibres. Leurs résultats prouvent que les matériaux composites sont d'un intérêt particulier pour les structures marines soumises à des sollicitations de choc pour les principales raisons suivantes : - absorption d'énergie; déplacements importants; dommages localisés et propagation complexe de fissure. Orfila et Rousseau [19] ont étudié l'influence de l'anisotropie de flexion sur l'endommagement d'impact basse vitesse de composites stratifiés carbone/époxy. L'ensemble des essais est réalisé grâce à un système de masse tombante, la masse totale de l'impacteur est de 2,625 kg avec une tête hémisphérique de diamètre

$\Phi = 20$  mm. Les énergies utilisées pour testées les éprouvettes sont (10, 20 et 30 afin que l'endommagement engendré est suffisamment significatif pour être exploité sans pour autant conduire à la perforation du stratifié. Les méthodes utilisées pour le contrôle de l'endommagement est le contrôle ultrasonore (le C-Scan) et la thermographie infrarouge. Leurs résultats montrent que la forme et la surface des délaminages ne sont pas affectées par les propriétés d'anisotropie de membrane. En revanche, l'endommagement est sensiblement plus important pour les stratifiés fortement anisotropes en flexion, et présente une orientation caractéristique des symétries du matériau. Ghasemnejad et Mason [20] ont étudié expérimentalement par l'essai Charpy la réponse au choc des éprouvettes en composites délaminées hybrides et non hybrides. Les éprouvettes hybride sont fabriquées à partir de composites combiné de verre / époxy et carbone / époxy avec différentes positions de délaminage en introduisant un film de téflon, puis traitées à 140°C pendant 4 h. L'énergie d'impact utilisée a été fixée à 2 J avec une vitesse de l'ordre de 2,83 m / s. Les résultats de leur étude montrent que l'utilisation de matériaux composites hybrides peut augmenter considérablement la capacité d'absorption d'énergie des structures composites délaminées (Figure I.15 et I.16).

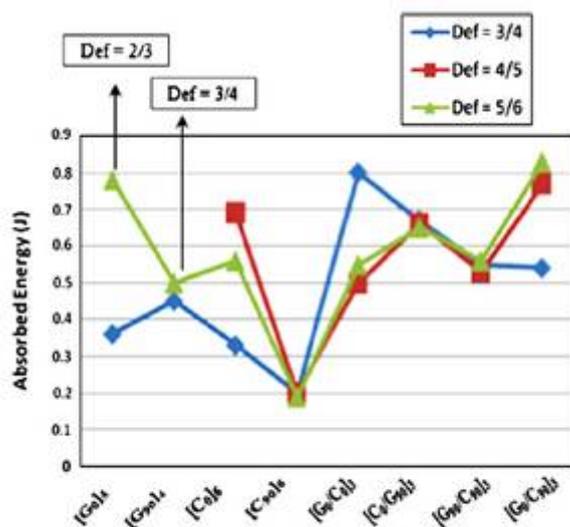


Figure I.15. Comparaison of absorbed energies of single delaminated non hybrid and hybrid composite beams.

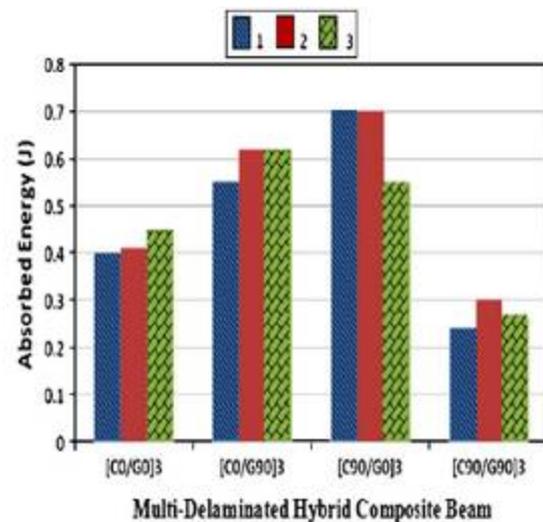


Figure I.16. Comparison of absorbed energies of multi delaminated hybrid composite (Three tests for each case)

Hufenbach et Langkamp [21] ont menés une étude expérimentale par essai Charpy afin d'identifier les paramètres clés qui influent sur la résistance d'endommagement à l'impact des structures composites stratifiés. Trois types de matériaux composites en fibre de carbone et une résine époxyde couramment utilisés pour la conception des structures dans l'aérospatiale ont été étudiés, à savoir Torayca T300, Torayca T700s et Torayca T800s et une couche extérieure en métal (Icon 625) servait comme couche protectrice pour le cas du stratifié hybride. Les

éprouvettes dont différents épaisseurs (5 et 3mm) ont été sollicitées à une vitesse de l'ordre de 3,85 m/s conduisant à une énergie d'impact de l'ordre de 15 J. Leur étude a permis de conclure que l'ajout de plaques métalliques améliorerait encore la tolérance aux dommages d'impact, mais surtout pour l'échantillon 0° sans renfort d'énormes réductions de résistance structurale. La rigidité résiduelle et les forces sont mieux réalisées avec le tissu à séquences d'empilements  $\pm 45^\circ$  entre l'impacteur et la structure portante, qui servait comme couches de protection (Figure I.17).

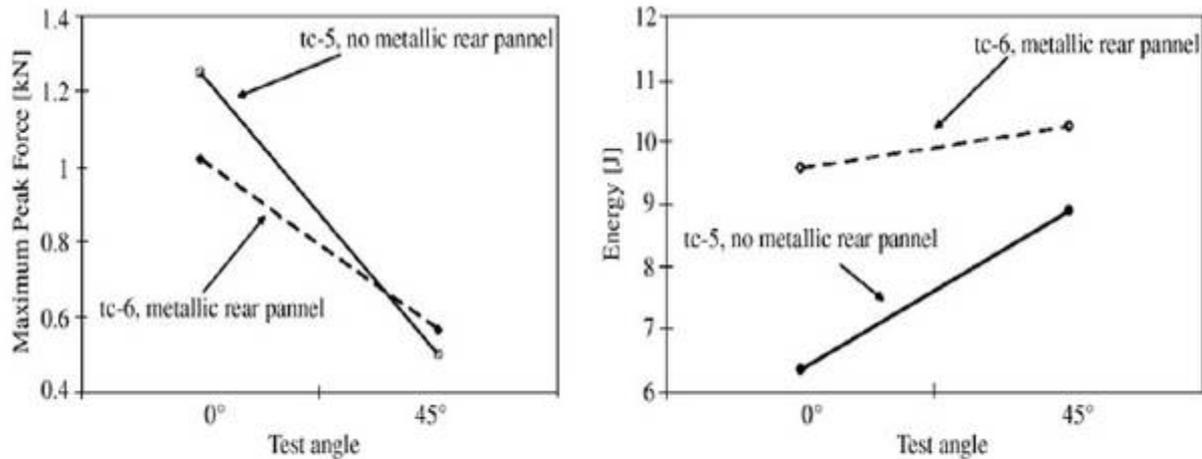


Figure I.17. Peak force and energy level trends for specimens with and without metallic rear panel

Sohn et Hu [22] ont étudié expérimentalement les mécanismes de délaminage et l'énergie de dissipation des composites stratifiés en fibres de carbone époxy sous conditions d'impact à vitesse de déformation élevée. Pour cela ils ont développés une méthode pour séparer le processus de délaminage dynamique dans le Mode-I,-II et le mode mixte dans les stratifiés à fibres longues de carbone époxy MI 1610 et T300. La résistance au délaminage dynamique correspondante est définie et mesurée par les dissipations d'énergie lors de l'impact. Les éprouvettes d'impact utilisées se composent de pièces composites stratifiées de  $18 \times 18$  mm collées à des barres d'acier pour former les échantillons d'impact avec la géométrie normale de l'éprouvette Charpy et de Izod. Leur étude montre que le processus et les mécanismes de délaminage dynamique sont très différents de ceux du délaminage quasi-statique.

Carosena et Giovanni [23] ont étudié par thermographie infrarouge le comportement des composites stratifiés en fibres de verre E UD renforcé par une résine époxyde sous conditions d'impact à faible vitesse. Le pendule Charpy modifié par une forme variable (en ogive et hémisphérique) avec un diamètre du marteau (18 et 24 mm) et une énergie d'impact de 4-25 J. Leur étude montre que: Pendant l'impact, sur la surface contrôlée, le matériau subit tout d'abord un refroidissement à cause des effets thermo-élastique, puis s'échauffe à cause de la dissipation de l'énergie de choc mécanique (Figure I.18).

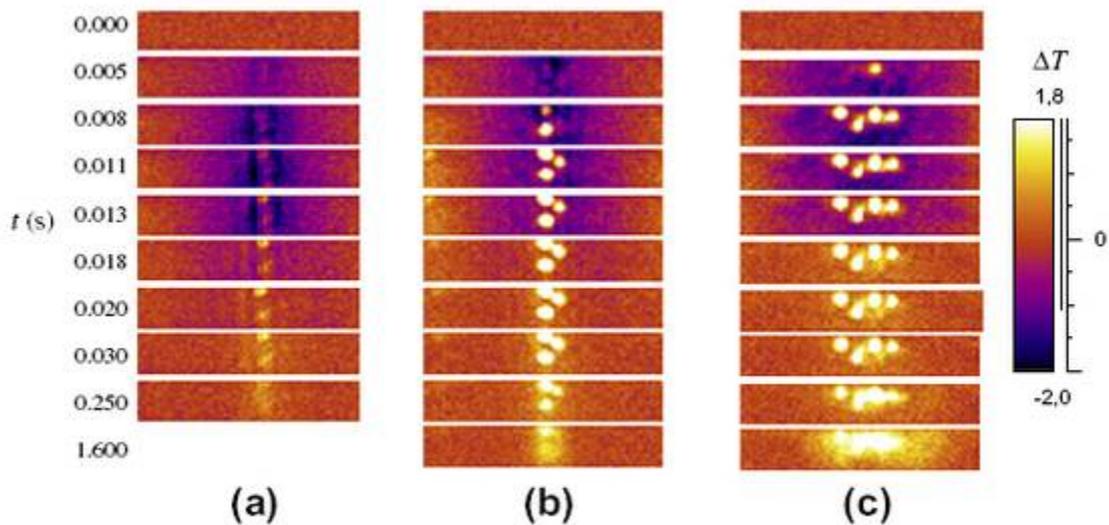


Figure I.18.  $\Delta T$  Sequece (900Hz) for specimen impacted with TSII : a)  $E_i=4,5J$ ; b)  $E_i=9,7J$ ; c)  $E_i=15,9J$

### I.8.2 Effets des grandes vitesses de sollicitation sur le comportement des matériaux composites

Le comportement mécanique des matériaux composites à fibres longues sollicités à grande vitesse a fait l'objet de différents comparatifs [24], [25] et [26]. La plupart des travaux relatés dans ces études portent cependant sur des composites, renforcés de fibres continues de carbone, de verre ou encore de kevlar, et à matrice thermodurcissable. Sur la figure I.19 est schématisée l'évolution d'une courbe contrainte-déformation avec la vitesse de déformation pour un matériau composite. De manière générale, une sollicitation est dite quasi-statique lorsque sa vitesse est inférieure à  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , intermédiaire lorsque sa vitesse est inférieure à  $100 \text{ s}^{-1}$  et dynamique lorsque sa vitesse est supérieure à  $100 \text{ s}^{-1}$ .

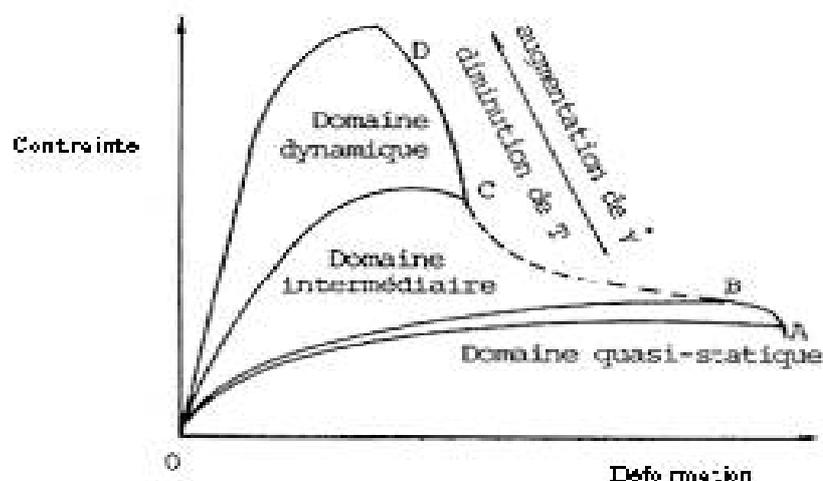


Figure I.19. Tendence d'évolution d'une courbe contrainte-déformation avec la vitesse de déformation pour un matériau composite

En ce qui concerne les matrices thermoplastiques renforcées de fibres de verre coupées, la majeure partie des études de Le Bassier [27] et Ségard [28] porte sur le comportement quasi-statique de ces matériaux. Elles mettent en évidence dans ce domaine un comportement élasto-viscoplastique avec ou sans endommagement suivant le niveau de contrainte considéré. Peu de travaux s'intéressent à leur résistance à l'impact et à leur comportement pour de grandes vitesses de sollicitation. Kawata [29] a étudié le comportement en traction d'une matrice PA66 renforcée de fibres courtes de verre (30 % en volume) pour des sollicitations statiques ( $0.99.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) et dynamiques ( $0.67.10^3 \text{ s}^{-1}$ ). Bien que les résultats obtenus ne lui permettent de conclure sur les effets de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques de ce matériau, il enregistre cependant une rigidification de son comportement. Plus récemment, Vaidya [30] s'est intéressé au comportement à l'impact d'une matrice polypropylène renforcée de fibres longues coupées (40 % en masse). Il a notamment étudié les modes d'endommagement de ce matériau et sa capacité à absorber l'énergie pour des vitesses d'impact comprises entre  $10 \text{ m.s}^{-1}$  et  $100 \text{ m.s}^{-1}$ . A de telles vitesses, la rupture du matériau est initiée par le déchaussement des fibres et la rupture de fibres. Il met également en évidence une fissuration de la matrice dans la direction des fibres.

### **I.8.3 Les différents types de vieillissement**

On distingue dans la littérature plusieurs types de vieillissement, le vieillissement étant considéré comme une évolution lente des propriétés du matériau à partir d'un état de référence, résultant de son instabilité propre ou de l'environnement. Cette évolution peut concerner la structure chimique des macromolécules, la composition du matériau (pénétration ou départ de petites molécules), ou son état physique (fraction de volume libre, contraintes internes).

Il est reconnu qu'en dessous de sa température de transition vitreuse ( $T_g$ ), un polymère n'est généralement pas dans un état d'équilibre thermodynamique, Verdu [31] et Sullivan [32]. En effet, au cours d'un refroidissement, le matériau se fige avec un excès de volume libre et d'enthalpie au passage de la zone de transition vitreuse. Le vieillissement physique résulte alors d'une restructuration progressive des molécules dans le polymère vers une configuration plus stable. De nombreuses études dans ce domaine menées sur polymères et sur composites à matrice organique ont montré que les propriétés dépendant de la mobilité moléculaire sont significativement affectées [32].

Contrairement au vieillissement physique, le vieillissement chimique se réfère à un changement irréversible dans le réseau moléculaire dû à des réactions chimiques. Aux températures considérées, les processus chimiques les plus importants concernent les réactions de coupure de chaînes, de post-réticulation ou d'oxydation.

### I.8.4 Influence de la température sur le comportement des matériaux composites stratifiés

Pendant leur service une structure peut être soumise aux conditions extrêmes de température. Vis-à-vis de la température, les performances des matériaux composites sont principalement conditionnées par l'adhésif. En revanche, pour une température basse, les performances sont conditionnées par la matrice.

Le point le plus important concerne la température est la température de transition vitreuse  $T_g$ . Les propriétés mécaniques diminuent à l'approche de ce seuil de température.

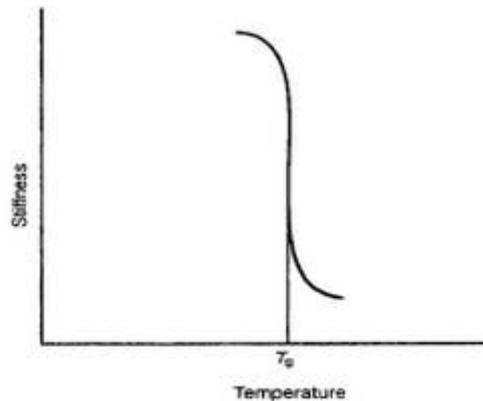


Figure I.20. Epaisseur –Température

Pour éviter une rupture issue de l'adoucissement de l'adhésif ou de la résine, la température maximale de service doit être inférieure à  $T_g$ .

La température de transition vitreuse est de l'ordre de 30°C à 80°C pour l'époxy polymérisant à froid. Suivant les conditions de mise en œuvre et la nature du durcisseur, la température de transition vitreuse peut atteindre 170°C pour un système renforcé et recuit. La polymérisation à température ambiante est lente.

La figure I.20, montre que la température de transition vitreuse  $T_g$  peut varier en fonction de l'environnement (température, humidité, etc.). Une température élevée pourrait réagir comme une post-cure sur la résine et donc augmenter  $T_g$ . En revanche, l'absorption d'humidité par les résines va conduire à une diminution de  $T_g$ . Pour une structure sensée résister à une température élevée (mais inférieure à  $T_g$ ), deux choix sont possibles.

Utiliser soit une résine avec une cure en froid mais ayant une haute  $T_g$  initiale, soit une résine ayant une  $T_g$  améliorée après une post-cure. En cas d'incendie, le renforcement par collage extérieur par matériaux composite doit être protégé par une technique d'isolation.

Des études antérieures ont montrés l'effet de la température sur le comportement des matériaux composites. Aucher et Vieille [12] ont étudié l'influence de la température sur le comportement mécanique de stratifiés tissés carbone à matrice thermodurcissable (époxy) et à matrice

thermoplastique hautes performances (PPS). Leur étude a permis de conclure que les stratifiés carbone/PPS sont caractérisés par une légère diminution de leur rigidité et de leur résistance à rupture pour des températures avoisinants la  $T_g$  (Figure I.21).

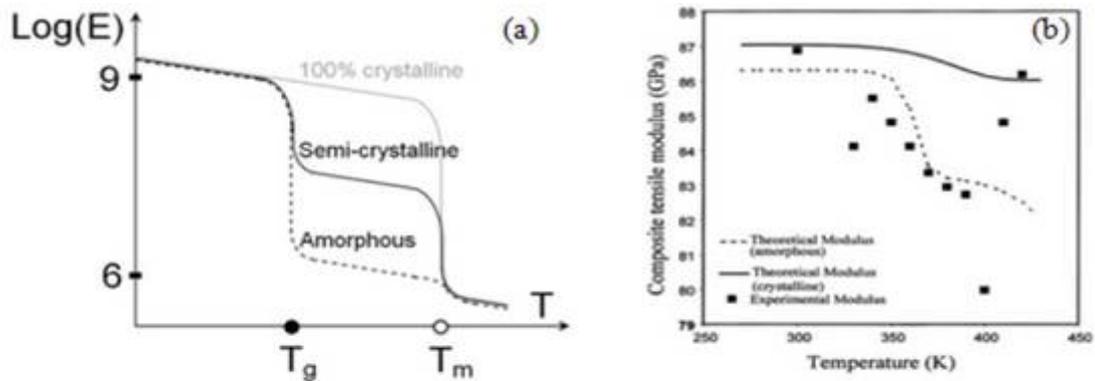


Figure I.21. Influence de la température sur la rigidité : a) Polymère amorphe et semi-cristallin, b) stratifié UD AS4/PPS

Khojin et Mahinfalah [33] ont étudié l'effet de la température lors d'impact sur des échantillons sandwich à âme en nid d'abeille remplis d'uréthane et les peaux en composites stratifiées hybrides de quatre couches Kevlar / carbone. Les échantillons ont été testés à des températures comprises entre  $-50^{\circ}\text{C}$  à  $120^{\circ}\text{C}$  et soumis à des énergies de faibles vitesses d'impact de 15 J, 25 J et 45 J. Leurs résultats montrent que les performances d'impact de ces composites sandwichs changent au dessus de l'intervalle de température et que l'essai à température ambiante n'est pas suffisant dans le développement et la compréhension complète des propriétés à l'impact des composites sandwichs (Figure I.22).

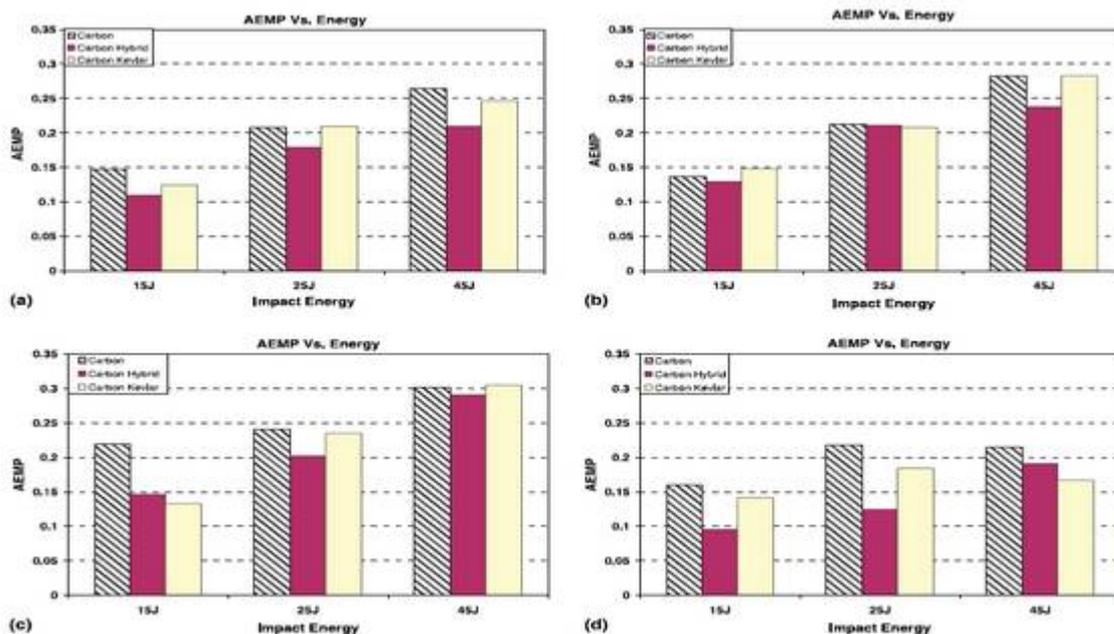


Figure I.22. Variation of AEMP with impact energy at different temperature: (a)  $-50^{\circ}\text{C}$ , (b)  $20^{\circ}\text{C}$ , (c)  $70^{\circ}\text{C}$  et (d)  $120^{\circ}\text{C}$

Benantar et Belouchrani [34] ont étudié l'effet de la dégradation thermique sur le composite carbone/époxy sous sollicitation statique (traction) et en fatigue, les éprouvettes étudiées sont soumises à deux températures d'étude 240°C et 270°C délivrées par une source thermique pour une même durée de 10 min. Leur étude montre que les stratifiés prédégradés thermiquement exhibent une chute importante de la valeur de la contrainte d'initiation de l'endommagement (l'influence de l'exposition thermique sur la matrice) et un faible abaissement des valeurs de la contrainte à la rupture et de la rigidité (les fibres de carbone résistent à de hautes températures).

### **I.8.5 Influence des ultraviolets sur le comportement des matériaux composites stratifiés**

Parmi les facteurs de vieillissement, les effets d'exposition aux radiations ultraviolettes ont notamment été étudiés [35].

Les ultraviolets peuvent produire une réduction de la transmissibilité des rayons lumineux la couleur du composite peut changer. Ce changement de couleur ou décoloration est dû à l'influence des rayons ultraviolets sur la résine de la matrice, et n'implique aucune dégradation structurale ou physique. Les fibres de verre ne sont pas affectées par les rayons ultraviolets.

Les caractéristiques mécaniques des matériaux composites sont très légèrement influencées par les rayons ultraviolets.

### **I.8.6 Influence de l'humidité sur le comportement des matériaux composites**

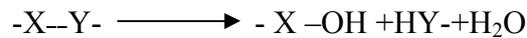
Dans le cas de vieillissement en milieu humide, la sensibilité des fibres de verre ou de carbone, au sein d'une résine, se situe à leur interface: les fibres n'absorbent pas d'eau et un gonflement différentiel se produit lorsque la matrice en absorbe. Si l'adhésion entre la fibre et la matrice est insuffisante, une décohésion par rupture des liaisons chimiques dans l'interphase du matériau se produit, augmentant la vitesse de pénétration de l'eau dans le matériau par les vides créés, ce qui accélère le mécanisme de dégradation.

En outre, les pertes de propriétés (dues à l'eau) dans le sens des fibres sont négligeables par rapport à celles dans les autres directions, qui sont plus sensibles aux qualités de la résine ou de l'interface.

Les deux conséquences immédiates sont la réduction de la température de transition vitreuse et l'adoucissement de la résine.

Certaines études ont montré que la masse d'un échantillon peut augmenter continuellement lorsque celui-ci est placé dans un environnement très humide. La modification de certaines bandes d'absorption en infrarouge du polymère a amené certains auteurs à supposer un mécanisme de dégradation du polymère: l'hydrolyse. Au cours de l'absorption, les molécules d'eau peuvent remplacer les liaisons hydrogène déjà existantes par des liaisons

hydrogène entre l'eau et le polymère. Le résultat de ces interactions chimiques à long terme est la dégradation de la résine et de l'interface par hydrolyse.



Equation générale de l'hydrolyse.

### I.8.7 Mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites

De manière générale, l'endommagement est défini comme un ensemble de changements microstructuraux au sein du matériau qui occasionnent une détérioration irréversible plus ou moins importante.

Ce phénomène d'endommagement et de rupture dans les matériaux composites est caractérisé par une rupture non brutale précédé d'une dégradation progressive. Ces dégradations peuvent résulter de plusieurs mécanismes élémentaires

- la rupture des fibres,
- la rupture transverse de la matrice,
- la rupture longitudinale de la matrice,
- la rupture de l'interface "fibre - matrice", auxquels s'ajoute, dans le cas de stratifiés, un mécanisme de rupture entre couches, appelé rupture par délaminage.

Ces divers mécanismes coexistent et se développent suivant la nature des matériaux et les conditions de sollicitations mécaniques imposées.

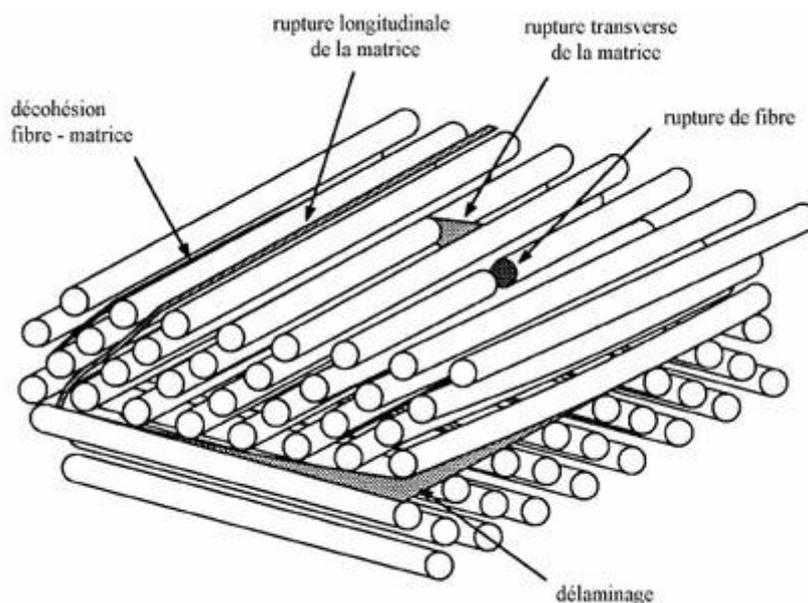


Figure I.23. Mécanismes d'endommagement dans les composites stratifiés

Il existe différentes échelles d'observation pour définir le type d'endommagement au sein d'une structure stratifiée à plis unidirectionnels ou tissés. Les plus significatifs sont les suivants :

- A l'échelle microscopique apparaissent les ruptures d'adhérence entre les fibres et la matrice : c'est le phénomène de décohésion fibre/matrice ;
- A l'échelle mésoscopique, on observe l'apparition de nombreuses fissures intralaminaires mais également la rupture de fibres qui intervient au stade ultime de la ruine du matériau ;
- A l'échelle macroscopique, on observe le phénomène de décollement interpli: c'est le délaminage.

Pour les matrices renforcées de fibres de verre coupées, les phénomènes d'endommagement observés sont la décohésion fibre/matrice mais aussi la fissuration matricielle [13].

### **I.8.7.1 Le délaminage**

L'un des avantages majeurs des stratifiés composites à renforts de fibres longues est la capacité d'orienter les fibres de chaque pli afin d'avoir les propriétés, souvent la résistance et la rigidité, appropriées aux chargements dans les directions prévues. Par exemple, une plaque stratifiée peut avoir une rigidité en traction dans une direction deux fois supérieure à celle dans une autre direction. Malgré d'excellentes propriétés dans le plan, les stratifiés présentent un problème propre aux matériaux réalisés par stratification: la rupture interlaminaire. Ce mécanisme de rupture se caractérise par un décollement ou une décohésion entre les plis du stratifié. Il est couramment appelé le « délaminage ».

Les études sur le délaminage sont réalisées le plus souvent par la théorie de la mécanique de la rupture. Des méthodes d'essais normalisées permettent de déterminer le critère de propagation du délaminage en mode mixte I+II du stratifiés unidirectionnels (UD) avec confiance. Pourtant, la plupart des structures en composites sont de type multidirectionnel (MD) et le délaminage se produit généralement entre deux plis de différentes orientations.

#### **I.8.7.1.1 Phénomènes physiques du délaminage**

Un stratifié soumis à un chargement, présente différentes étapes de dégradation. Dans le scénario d'évolution des défauts le plus « classique » [36], la matrice et l'interface fibre/matrice sont les premières à se détériorer (**Figure I.24-a**). Les premiers défauts sont donc la microfissuration de la matrice et la décohésion fibre/matrice à l'échelle microscopique. Ensuite, ces défauts s'agrandissent de façon stable à l'échelle du pli par coalescence (**Figure I.24-b**), les micro-défauts se rejoignent pour former des fissurations transverses. Les fissures transverses

peuvent parvenir à l'interface des plis et provoquer le délaminage sous l'effet des contraintes interlaminaires (**Figure I.24-c**). Ces défauts et leur évolution dépendent de l'empilement, du nombre de plis, du chargement, et de la taille et de la forme de la structure considérée.

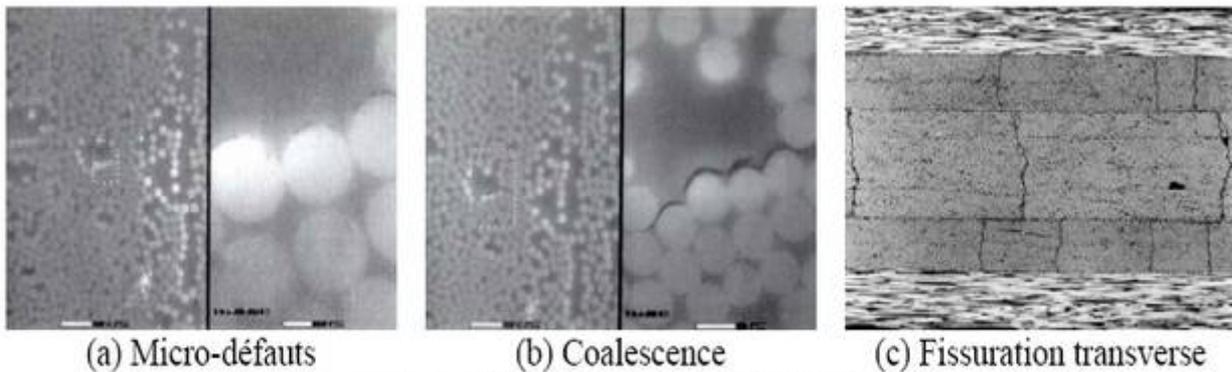


Figure I.24. Evolution de défauts.

Les micro-mécanismes principaux de l'endommagement qui accompagnent un délaminage sont présentés schématiquement dans la Figure I-25 [37]. Ils incluent:

- Zone endommagée: La forte concentration de contraintes autour de la pointe de fissure provoque une zone endommagée où se trouvent la déformation plastique et/ou des microfissures de la matrice.

Fissures latérales: Après le passage de la fissure, les microfissures dans la zone endommagée peuvent se transformer en des fissures latérales de la matrice autour du plan de délaminage

- Pontage de fibres: La présence de fissures au dessus ou en dessous du plan de délaminage facilite la création de ponts de fibres reliant les deux surfaces délaminées. Certains ponts de fibres se rompent pendant l'avancée du délaminage.

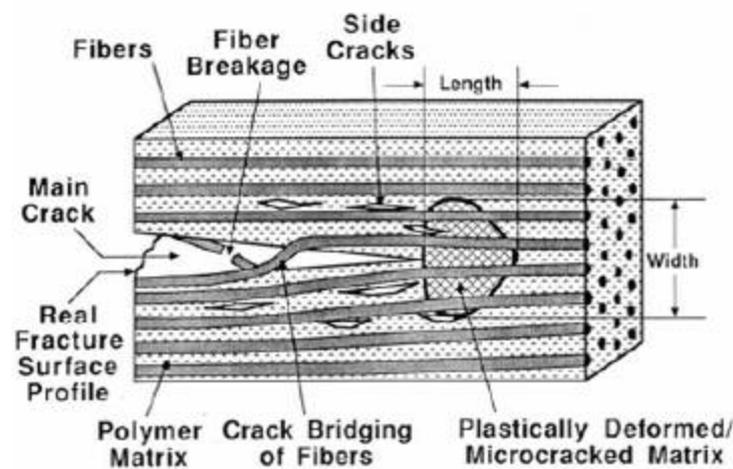


Figure I.25. Mécanismes de l'endommagement accompagnant le délaminage.

### **I.8.7.1.2 Origines du délaminage**

La cause de délaminage peut être attribuée, en termes généraux, à l'existence des contraintes interlaminaires. Ces contraintes entre plis peuvent être critiques dans les zones suivantes :

#### **I.8.7.1.2.1 Défaut de fabrication**

Des défauts internes au sein de stratifié tels que des micro-vides ou des impuretés peuvent survenir lors de sa fabrication. Même sous des chargements dans le plan, les contraintes interlaminaires se développent dans les champs de contraintes à ces sites à cause des discontinuités locales [38].

#### **I.8.7.1.2.2 Bord libre**

En ce qui concerne les stratifiés composites multidirectionnelles, les contraintes interlaminaires se développent à cause de la discontinuité de comportement mécanique entre les plis individuels [38]. Par exemple, un stratifié [45/-45/-45/45] sous un chargement de traction simple présente une contrainte interlaminaire au voisinage des bords de l'éprouvette qui devient singulière aux bords libres [39]. Par conséquent, ce phénomène est nommé « l'effet de bord libre ». L'intensité de cet effet dépend fortement de la séquence d'empilement des stratifiés [40], [41].

#### **I.8.7.1.2.3 Impact**

Une structure peut subir des impacts d'objets en service ou pendant la maintenance (une chute d'outil par exemple). En général, un choc à basse vitesse sur un stratifié composite ne laisse pas de traces apparentes dans la surface, mais entraîne des ruptures importantes de la matrice à l'intérieur de celui-ci. Lors de l'impact, les contraintes de cisaillement entre les plis provoquent également des délaminages. L'enveloppe de dommages qui en résulte est typiquement de forme conique.

A l'exception de l'impact balistique, la majorité de l'endommagement se produit dans la matrice [42]. La résistance en traction dans le plan du stratifié ne serait donc pas dégradée considérablement. Cependant, les délaminages diminuent significativement la stabilité en compression du stratifié. Il peut donc subir des flambages locaux qui entraînent la propagation des délaminages ou le flambage global qui conduit à la rupture finale [43], [44].

La tolérance aux dommages peut être définie comme la capacité d'une structure de résister à la rupture en présence de défauts, fissures, ou autres dommages pour un temps spécifié [45]. La structure doit être conçue de telle façon qu'un dommage créé pendant une opération normale soit détectable avant que la résistance ou la rigidité de la structure chute à un niveau qui ne soit pas admissible [46].

D'un point de vue de la sécurité, il y a trois aspects de la tolérance aux dommages. Premièrement, une structure contenant des défauts non-déTECTABLES doit pouvoir servir pendant toute sa durée de vie. Deuxièmement, les défauts détectables doivent être tolérés pendant un certain délai, jusqu'à leur détection. Enfin, dans le cas de l'endommagement accidentel en vol (pour le cas des Avions), l'avion doit pouvoir compléter sa mission en sécurité [42]. La notion de la tolérance aux dommages inclut la détectabilité des défauts.

## **I.9 Conclusion**

Au vu de la recherche bibliographique détaillée ci-dessus, il apparaît clairement que peu de travaux consacrés à l'étude de vieillissement et de sollicitations mécaniques ont été réalisées sur les matériaux composites.

C'est pourquoi, nous allons choisir pour notre étude différents composites à matrice époxyde renforcées par des fibres de verre, de carbone et de kevlar soumis à différents types de vieillissements pour mettre en évidence les mécanismes influençant les propriétés mécaniques.

## **Chapitre II**

**Préparation des échantillons**

**Et**

**Protocol expérimental**

## II.1. Introduction

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue, et ce dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation.

Pour caractériser le comportement mécanique des matériaux, les techniques expérimentales les plus couramment utilisées, aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'industriels sont : les essais uniaxiaux (quasi-statiques et dynamiques), les essais multiaxiaux, les essais de fatigue et les techniques gravitant autour du phénomène de rupture.

Dans ce chapitre nous présentons les démarches et les moyens utilisés pour la préparation des échantillons stratifiés à différents tests de vieillissement et la caractérisation expérimentale par l'essai de traction et l'essai de choc.

Il est judicieux de choisir un stratifié souvent utilisé dans des applications techniques afin de vérifier si le comportement des stratifiés pouvait être extrapolé à d'autres matériaux de composition plus complexe.

Connaître le comportement en traction d'un stratifié sous les effets de vieillissement naturel et artificiel.

- ✓ Comprendre la relation contrainte – déformation.
- ✓ Déduire de l'essai les propriétés mécaniques accessibles.

Afin d'étudier l'influence du vieillissement sur des stratifiés, différentes éprouvettes ont été soumis à différents tests de vieillissements. D'abord des éprouvettes ont été irradiés sous vieillissement artificiel dans une enceinte avec une longueur d'onde monochromatique dans la gamme des ultra violet 365 nm pendant 30 heures, d'autres exposées à l'air lumineux (vieillissement naturel) pendant 150 heures et une 3<sup>ème</sup> série d'éprouvettes ont été soumises à un vieillissement thermique à basse température (-18°C) pendant 150 heures.

L'influence de la température sur la vitesse de dégradation des stratifiés soumis à des vieillissements à différentes températures.

L'utilisation des UV permet de mettre en évidence certains mécanismes de vieillissement et le développement de produits de dégradation, et plus généralement aide à la compréhension des mécanismes de vieillissement. La longueur d'onde 365 nm va nous permettre de nous rapprocher d'un vieillissement naturel. L'irradiation des échantillons est réalisée sur une seule face de l'éprouvette.

## II.2. Essais mécaniques uniaxiaux

La caractérisation des lois de comportement des matériaux sur une plage de vitesses importante implique d'utiliser des techniques variées, avec des précautions propres à chacune d'entre elles. Les résultats sont d'exploitation plus ou moins aisée, et l'on distinguera les essais quasi-statiques et les essais dynamiques.

Les premiers permettent, par leur caractère uniaxial, une exploitation relativement directe des résultats, alors que les seconds, qui impliquent des vitesses de déformation élevées, imposeront une modélisation qui prend en compte la propagation des ondes élastiques dans les matériaux et pourront imposer l'utilisation des éléments finis afin d'être "proprement" compris.

L'objectif de notre travail est de réaliser les expériences suivantes :

- 1- Caractérisation Physique des matériaux composites de l'étude.
- 2- Découpage des différentes plaques stratifiées en éprouvettes de différentes dimensions selon l'essai à réaliser.
- 3- Réalisation des différents tests de vieillissement.
- 4- Réalisation des essais de tractions sur les éprouvettes préparées afin de déterminer les modules d'élasticité ou modules de l'ingénieur.
- 5- Réalisation des essais de chocs sur les éprouvettes préparées afin de déterminer les énergies absorbées.
- 6- Caractérisation macroscopique et microscopique.

### II.2.1. Caractérisation physique des matériaux composites de l'étude.

Pour cette étude la caractérisation physique des matériaux composites consiste en la détermination du taux de fibres.

#### II.2.1.1 Taux de fibres :

D'après la norme NF T- 102 et ISO 1172, le taux de fibres est déterminé après calcination du composite pendant 30 minutes dans un four à 625°C. Le four de calcination utilisé est un four électrique de température maximale de 1200°C. Le creuset est pesé vide ( $M_1$ ) puis avec l'échantillon ( $M_2$ ) et après calcination ( $M_3$ ).

Le taux de fibres massique ( $m_f$ ) est donné par la relation :

$$m_f = \frac{M_3 - M_1}{M_2 - M_1} * 100 \quad (\text{II.1})$$

Et les taux volumiques de fibres  $V_f$  et de résine  $V_r$  sont donnés par les relations :

$$V_f = \frac{d_c}{d_f} * \frac{m_f}{100} \quad (\text{II.2})$$

$$V_r = \frac{d_c}{d_r} * \frac{(100-m_f)}{100} \quad (\text{II.3})$$

Où :

$d_r$ ,  $d_c$  et  $d_f$  sont respectivement les densités de la résine, du composite et des fibres.

### II.2.2. Découpage des éprouvettes et réalisation des différents tests de vieillissement.

Les matériaux étudiés dans le cadre de ce travail sont des stratifiés composite fabriqués par moulage au sac (Infusion à basse pression) [44].

La découpe des échantillons a été faite à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamanté refroidi à l'eau, à partir de plaques stratifiées de 300 mm × 300 mm. Les éprouvettes ont été découpées, en différentes dimensions selon le type d'essai à réaliser (pour l'essai de traction et pour l'essai de choc), en suite ils ont subis différents tests de vieillissement. 150 Heures de vieillissement naturel (soleil) à une température comprise entre 30 et 40°C, 30 heures de vieillissement par UV et 150 heures au vieillissement par congélation à une température d'environ -18°C.

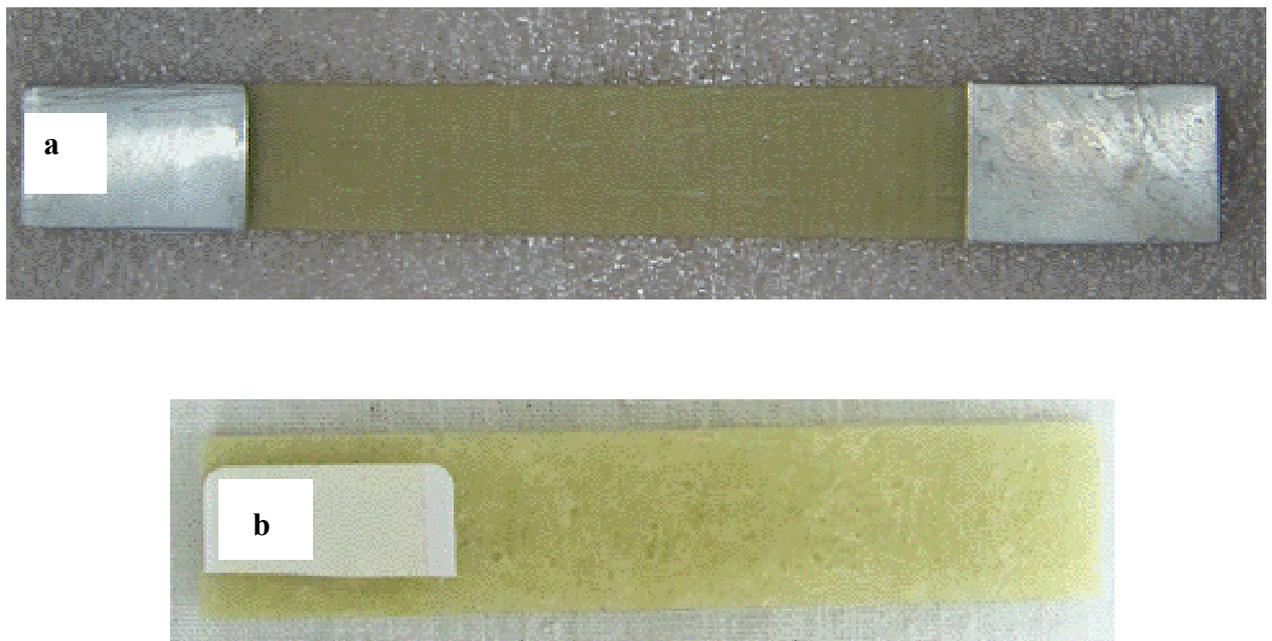
#### II.2.2.1 Présentation des éprouvettes analysées

La validation de la procédure de mesure se fait à partir de 7 plaques différentes. La mise en œuvre, des plaques stratifiées est réalisée par moulage sous vide en utilisant la technique dite du sac. Les plis sont stratifiés et imprégnés à température ambiante, puis moulés sous vide (dépression 30 KPa) pendant 10 heures entre le moule et le contre moule après interposition de divers tissus de moulage [47].

La première plaque, notée plaque A, est composée de 11 plis, de séquence d'empilement: [Mat/90/0/90/0/Mat/90/0/90/0/Mat] et un taux massique de fibres de 52,7%. Cette plaque a pour dimensions 300 mm de long x 300 mm de large x 4,4 mm d'épaisseur. La deuxième plaque, notée plaque B, est composée de 9 plis, de séquence d'empilement: [Mat/0/90/0/90/0/90/0/Mat], toujours drapés de la même manière, mais avec un taux massique de fibres de 60% et une

épaisseur de 3,4 mm. La troisième plaque de cette étude, notée C, est composée de 11 plis de séquence d'empilement:  $[0/90/0/90/Mat/Mat/Mat/0/90/0/90]$  et un taux massique de fibres de 64,78%, mais avec une épaisseur de 3 mm. La quatrième plaque, notée D, est une plaque de 11 plis, de séquence d'empilement :  $[Mat/90/0/90_c/0_c/Mat/90/0/90_c/0_c/Mat]$  avec un taux massique de fibres de 45,78%, mais d'une épaisseur de 5,2 mm cette fois ci. La cinquième plaque, notée E, est composée de 16 plis, de séquence d'empilement :  $[0_4/90_4]_s$  avec un taux massique de fibres de 72,51% et une épaisseur de 4,2 mm. La sixième plaque, notée F, est composée de 8 plis, de séquence d'empilement :  $[0_{2k}/90_{2k}]_s$  avec un taux massique de fibres de 43,66% et 4,2 mm d'épaisseur. Et en fin la dernière plaque, notée G, est composée de 12 plis de séquence d'empilement:  $[0_{2v}/0_k/90_{2v}/90_k]_s$  avec un taux massique de fibres de 48,01% et ayant la même épaisseur que E et G.

Toutes les plaques ont pour dimensions 300 mm x 300 mm de large mais de différentes épaisseurs. La direction  $0^\circ$  des fibres est prise parallèle au sens long des éprouvettes.



**Figure II.1.** a) Eprouvette de traction, b) Eprouvette de choc

Le tableau II.1 présente l'ensemble de ces stratifiés et leurs séquences d'empilement. Les constituants de ces stratifiés sont commercialisés par la société SICOMIN dont les caractéristiques principales sont données dans les tableaux II.2 et II.3.

**Tableau II.1** : Matériaux d'études et Séquences d'empilement retenues pour l'étude

Référence séquence	Empilement
Stratifié (A)	[Mat/90/0/90/0/Mat/90/0/90/0/Mat]
Stratifié (B)	[Mat/0/90/0/90/0/90/0/Mat]
Stratifié (C)	[0/90/0/90/Mat/Mat/Mat/0/90/0/90]
Stratifié (D)	[Mat/90/0/90 <sub>c</sub> /0 <sub>c</sub> /Mat/90/0/90 <sub>c</sub> /0 <sub>c</sub> /Mat]
Stratifié (E)	[0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>
Stratifié (F)	[0 <sub>2k</sub> /90 <sub>2k</sub> ] <sub>s</sub>
Stratifié (G)	[0 <sub>2v</sub> /0 <sub>k</sub> /90 <sub>2v</sub> /90 <sub>k</sub> ] <sub>s</sub>

**Tableau II.2** Caractéristiques mécaniques de la résine époxyde SR 1500/SD 2505.

Module d'Young (GPa)	Résistance à la traction (MPa)	Résistance à la flexion (MPa)
2,9 à 3,2	74 à 77	115 à 120

**Tableau II.3** Caractéristiques mécaniques des fibres de verre, de Kevlar et de carbone.

Type de renfort	Masse surfacique (g/m <sup>2</sup> )	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'élasticité longitudinal (GPa)	Module de cisaillement (GPa)	Coefficient de Poisson	Contrainte de rupture en traction sur mèche (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Verre	300	2540	74	30	0,25	2500	4,8
Kevlar	400	1450	130	12	0,4	2900	2,6
Carbone		1750	230	15	0,3	3000	1,8

### II.2.2.2. Réalisation des tests de vieillissement.

Après découpage, les éprouvettes ont subis différents tests de vieillissement. 150 Heures de vieillissement naturel (soleil) à une température comprise entre 30° et 40°C selon la norme (ISO 877:1994), 30 heures de vieillissement par UV et 150 heures au vieillissement par gel à une température d'environ -18°C.

### **II.2.2.2.1. Généralités sur le vieillissement des matériaux composites**

#### **II.2.2.2.1.1. Définition**

Le vieillissement d'un matériau peut être défini comme un processus qui modifie les propriétés physico-chimiques de celui-ci et, pour ce qui concerne la prévention des risques professionnels, le rend finalement dangereux lors de l'utilisation.

Un vieillissement prématuré présente un risque accru pour les utilisateurs de produits dont la qualité principale est la résistance mécanique et/ou le comportement viscoélastique.

#### **II.2.2.2.1.2. Origine du vieillissement chimique.**

Le vieillissement chimique pouvant avoir différentes origines. Il entraîne dans tous les cas une coupure des macromolécules.

- La chaleur (dégradation thermique): les molécules d'un polymère sont constituées de liaisons chimiques qui chacune possède une énergie donnée. Si la température est suffisante, une liaison peut être détruite entraînant la rupture des chaînes moléculaires : la matière est peu à peu dégradée.

- La lumière (photo-dégradation): Un rayon lumineux est porteur d'énergie, celle-ci dépendant de la longueur d'onde associée. Si elle est suffisamment élevée, elle peut être à l'origine de la dégradation du polymère. Le rayonnement UV qui possède de faibles longueurs d'onde et donc une énergie élevée est particulièrement néfaste.

- L'oxygène (oxydation): lorsque les liaisons se rompent sous une action mécanique, thermique, photochimique, des radicaux libres très réactifs se créent. Par combinaison avec l'oxygène, ces radicaux conduisent à la formation de peroxydes et d'hydroperoxydes. Les hydroperoxydes sont des produits instables se décomposant sous l'effet des UV ou de la chaleur et qui vont ensuite provoquer la scission des chaînes du polymère.

#### **II.2.2.2.1.3. Vieillessement physique**

Comme cité au par avant par la littérature et contrairement au vieillissement chimique, le vieillissement physique résulte alors d'une restructuration progressive des molécules dans le polymère vers une configuration plus stable.

#### II.2.1.2.1.4. Conséquences du vieillissement par photo-oxydation.

Les propriétés mécaniques et l'aspect de surface des matériaux polymères et composite sont altérées par les contraintes climatiques (radiations solaires, humidité, chaleur):

- Diminution de la contrainte à la rupture,
- Changement du comportement mécanique,
- Evolution de la rigidité,
- Coloration ou décoloration de la matière,

#### II.2.2.2.2. Différents tests de vieillissement.

Les tests de vieillissement des matériaux peuvent être réalisés, soit à l'exposition directe au soleil, soit en conditions d'exposition artificielle ou naturelle [48].

##### II.2.2.2.2.1. Vieillissement naturel

Les essais de vieillissement en lumière naturelle sont par définition très longs et difficilement comparables, car les conditions d'essais ne peuvent pas être contrôlées. Par conséquent, des méthodes et des équipements de tests en condition d'exposition artificielle ont été développés.

De même, des tests de vieillissement naturel par le soleil, mais en condition accélérée, ont également été mis en place. Ces essais, dénommés EMMA et EMMAQUA, utilisent un ensemble de miroirs (10, 20 voire 50) pour concentrer la lumière solaire sur l'échantillon. Néanmoins, la corrélation entre le vieillissement naturel et ce test est délicate à établir [48].

##### II.2.2.2.2. 2. Vieillissement artificiel

Afin d'obtenir rapidement des informations sur le comportement des matériaux, il existe des appareils spécifiques permettant de réaliser des vieillissements accélérés (**Figure II.2**). Cependant, le spectre lumineux des lampes utilisées diffère du spectre solaire. Par conséquent, la corrélation entre les essais en conditions artificielle et naturelle n'est pas toujours facile à déterminer.



**Figure II.2.** Appareil des tests UV type VL-6 (6 W)

Les tests de vieillissement en condition artificielle sont réalisés principalement selon trois méthodes référencées :

- ISO 105 B02/B04,
- DIN 75202,
- SAE J 1885.

Les conditions appliquées pour ces tests sont décrites dans le Tableau II.4 [35].

	ISO 105	DIN 75202 Test Fakra	SAE J 1885 Méthode US
Source de lumière	Xénon	Xénon	Xénon
Gamme UV nm	> 310 – 320	> 310	> 300
T °C corps noir	45	100 – 115	89
T °C échantillon	30	45 – 65	63
Humidité relative %	60	20	50

TABLEAU II.4 Conditions normalisées de tests de vieillissement artificiel

#### II.2.2.2.3. Le vieillissement accéléré

Pour comprendre le vieillissement des matériaux, il faut les étudier tout au long de leur durée de vie. Cette durée de vie pouvant atteindre plusieurs dizaines d'années, il est de ce fait indispensable d'accélérer l'évolution afin de la rendre compatible avec une échelle d'analyse au niveau du laboratoire [49].

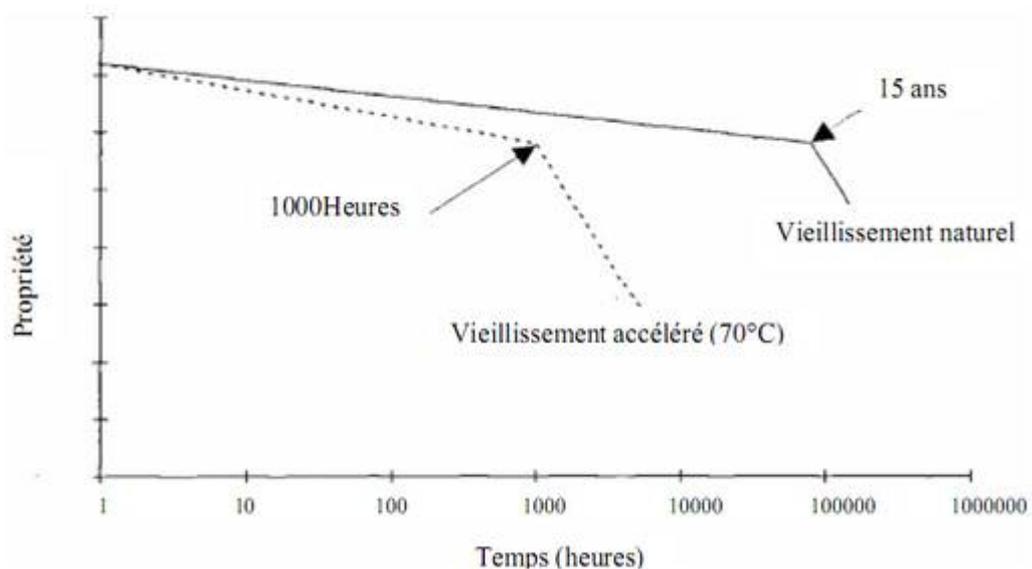


Figure II.3. Courbe de vieillissement « échelle semi — logarithmique » [49]

De même, ils ont noté que, quelque soit le type de vieillissement, on obtient toujours le même type de courbes.

Même si les facteurs de corrélation entre vieillissement naturel et accéléré ne sont pas toujours connus puisqu'ils diffèrent suivant la nature des matériaux, les essais de vieillissement accéléré permettent de sélectionner ou valider plus rapidement un matériau [50].

### II.2.3. Essais de traction (quasistatiques)

L'essai de traction constitue l'un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. Pour aboutir directement à une loi de comportement uniaxiale il permet de s'affranchir des méthodes de calcul inverse et permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées, comme la contrainte à la rupture, la contrainte maximale, la limites d'élasticité, etc. nécessaires dans les calculs de structure.

Dans la pratique, les essais de traction sont effectués en utilisant soit des éprouvettes en forme d'haltères, soit des éprouvettes droites avec des talons.

#### II.2.3.1. Eprouvettes de l'essai

Généralement les matériaux composites sont caractérisés à différentes séquences d'empilements, trois éprouvettes sont considérées par type de stratifié. Le nombre des mesures pourra éventuellement être supérieur si l'on désire une meilleure précision sur la valeur moyenne où une étude statistique sera effectuée qui déterminera si l'ensemble des valeurs obtenues constitue ou non une population homogène. Il est possible d'évaluer celle-ci à l'aide de l'intervalle de confiance (au niveau de probabilité de 95 %).

Les éprouvettes utilisées sont découpées à partir des plaques stratifiées à différents empilements et de dimensions conformes à celle de l'éprouvette type droites avec des talons comme le montre la figure ci-après selon la norme ASTM D5083,[51] équivalente aux normes ISO 527-4 et AFNOR 57.701.

La norme ASTM D 5083 a été utilisée pour dimensionner les éprouvettes de traction, le tableau II.5 présente les dimensions des éprouvettes employées dans cette étude.

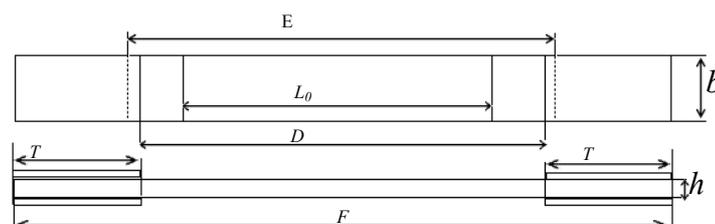


Figure II.4.Éprouvette de traction avec des talons collés.

Tableau II.5. Dimensions des éprouvettes de traction selon la norme ASTM D 5083.

Désignation	Dimension [mm]
$F$ : longueur totale minimal	250
$h$ : épaisseur des éprouvettes	2 à 14
$b$ : largeur de la partie calibrée	25 ou $50 \pm 0,5$
$L_0$ : longueur de référence	$100 \pm 0,5$
$E$ : distance entre les mors	$170 \pm 0,5$
$D$ : distance entre talons	$150 \pm 0,5$
$T$ : longueur minimal des talons	50

### II.2.3.2. Nombre des éprouvettes utilisées

Généralement les matériaux composites sont caractérisés à différentes séquences d'empilements, trois éprouvettes sont considérées par type de stratifié. Le nombre des mesures pourra éventuellement être supérieur si l'on désire une meilleure précision sur la valeur moyenne où une étude statistique sera effectuée qui déterminera si l'ensemble des valeurs obtenues constitue ou non une population homogène. Il est possible d'évaluer celle-ci à l'aide de l'intervalle de confiance (au niveau de probabilité de 95 %).

### II.2.3.3. Norme sur l'essai de traction

Parmi de nombreuses normes, la norme (ASTM D5083) spécifie une méthode de détermination de certaines caractéristiques en traction des matières en résine renforcées en tissu ou fibre de verre (GFRP, Glass fiber reinforcement polymère). La présente méthode permet de déterminer les caractéristiques en traction des éprouvettes pour des contrôles de qualité, ou pour l'établissement des spécifications de matériaux.

Les contraintes et les déformations sont calculées par les expressions suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{II.4})$$

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l} \quad (\text{II.5})$$

Où :  $\sigma_{\text{rupture}}$ ,  $\varepsilon_{\text{rupture}}$  et  $E_L$  sont respectivement la contrainte, la déformation à la rupture et le module longitudinal en traction axiale.

#### **II.2.3.4. Réalisation de l'essai**

##### **II.2.3.4.1. Objectif**

La présente norme a pour objectif de décrire une méthode de détermination des caractéristiques en traction des matériaux composites.

##### **II.2.3.4.2. Machine d'essai**

La machine d'essai universelle du type Hoytom, S.L, modele DI-CP de capacité de charge de 100KN (**figure II.5**), cette machine fait partie d'un système d'essais modulaire extensible à plusieurs fonctions, et comprenant essentiellement les éléments suivants:

- Une partie fixe portant un dispositif d'attache.
- Une partie mobile portant le second dispositif d'attache.
- Une partie commande

Ces dispositifs d'attache sont commandés hydrauliquement, ils fixent, autant que possible sans glissement, chaque extrémité de l'éprouvette qui se trouve ainsi placée entre la partie fixe et celle mobile. Ces deux dernières sont conçues de telle sorte qu'elles permettent, dès que le moindre effort leur est appliqué, un alignement de l'éprouvette et leurs axes se confondent alors avec celui de la force.

Un mécanisme d'entraînement (Cellule de charge de 100 KN) communiquant à la partie mobile à vide un mouvement uniforme à vitesse contrôlée. Cette vitesse sera choisie d'après certaines indications.

La partie commande utilise généralement un micro-ordinateur de pilotage avec logiciel multifonction (Hoywin version 9.11) qui permet d'enregistrer les résultats sur un procès verbal d'essais. Un traitement statistique des données est réalisé en fin de série afin d'obtenir les valeurs moyennes des lots testés.

Dans notre cas les paramètres de l'essai sont : Le déplacement et la charge, le déplacement est enregistré automatiquement en fonction de la charge depuis le début de l'essai. Cette déplacement est validée par des gauges de contraintes collées sur les éprouvettes testés en utilisant un pont d'extensometrie (pont de Wheastone).

Les parties fixe et mobile, le mécanisme d'entraînement et les dispositifs d'attache sont construits avec des matières et des dimensions telle que la déformation élastique globale subie dans le sens longitudinal par le système composé de ces organes n'excède pas de la déformation longitudinale subie au même moment de l'essai par la longueur de référence de l'éprouvette: ces exigences doivent être satisfaites pour n'importe quel effort de valeur inférieur ou égale à la capacité de charge nominale de la machine.

Trois éprouvettes au moins sont testées pour chaque type de matériaux et pour chaque type de vieillissement avec une vitesse d'essai de 2 mm/mn.



**Figure II.5.** Machine de traction utilisée.

## II.2.4. Essais dynamiques

Les essais dynamiques sont les techniques expérimentales qui permettent de solliciter un matériau à des vitesses de déformation élevées. Ils intéressent des applications diverses comme la protection sismique, les calculs de déformation lors de crash test dans l'automobile, les procédés de mise en forme de métaux, notamment par usinage, ou encore les problèmes liés à la perforation des blindages, qui impliquent des vitesses de déformation pouvant atteindre, respectivement,  $1$  à  $10^2 \text{ s}^{-1}$ ,  $10^3 \text{ s}^{-1}$ ,  $10^4 \text{ s}^{-1}$  et plus de  $10^7 \text{ s}^{-1}$ .

Généralement pour les essais de traction uniaxiale classiques (quasistatiques), les vitesses de déformation atteintes vont de  $10^{-4}$  à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , environ, ce qui n'est de toute évidence pas suffisant face aux vitesses de déformation rencontrées dans certaines conditions réelles, comme celles mentionnées ci-dessus. Il est donc nécessaire de disposer de techniques expérimentales qui permettent de caractériser le comportement mécanique des matériaux dans des conditions contrôlées. De nombreuses méthodes existent pour tester des éprouvettes sous des chargements dynamiques. Les équipements les plus couramment utilisés sont les barres de Hopkinson, les pendules (tests standards de type Charpy ou Izod), les machines hydrauliques et les tours de chute.

Nous présenterons ici les essais d'impact, dont la vitesse de déformation est typiquement de  $3,8 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  en utilisant l'essai de choc Charpy.

### II.2.4.1. Essais de choc Charpy ou de résilience

#### II.2.4.1.1. Introduction

Les travaux de Charpy [52] sur les essais d'impact ont été présentés pour la première fois au congrès de Budapest par l'Association Internationale pour les Essais de Matériaux en 1901. Des travaux antérieurs sur les essais mécaniques avaient conclu en l'absence de corrélation entre les essais mécaniques statiques et dynamiques. Cette conclusion semble avoir été mentionnée pour la première fois par Monsieur Lebas dans son livre intitulé « les métaux à l'Exposition de 1878 » où il écrit : « il est impossible d'obtenir des résultats complets sur la résistance des matériau en l'absence d'essais par choc ».

Charpy indique que « la différence entre les hauteurs initiales et finales multipliée par le poids du pendule donne la valeur du travail de rupture » (**figure II.6**). L'erreur due à l'énergie cinétique est considérée comme inférieure à 1% de l'énergie totale. Le poids de l'éprouvette est plus petit que le poids du pendule.

Malgré l'introduction, durant les années 1960, de la mécanique de rupture pour mesurer la ténacité des matériaux, la pratique de l'essai Charpy a perduré. Elle donne toujours une méthode simple et peu coûteuse pour classer les matériaux par leur résistance à la rupture fragile. La tendance actuelle est aussi d'utiliser ces essais pour mesurer la ténacité et la résistance à la déchirure ductile.

La résilience  $C_{vK}$ , définie comme étant le travail de rupture par unité de surface du ligament sans entaille, est à rapprocher de la ténacité exprimée par la valeur critique  $C_{J1}$  du paramètre énergétique  $J$ , paramètre proportionnel au travail de rupture par unité d'aire du ligament.

L'essai de Charpy, considéré généralement comme un essai dynamique lent, incorpore l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des matériaux, en général sur la ténacité. Cette influence peut être précisée, si on combine un critère de plasticité thermiquement activé avec un critère local de rupture tenant compte du fait que la plastification locale est nécessaire au processus de rupture.

#### II.2.4.1.2. Principe de l'essai Charpy

Le but de l'essai Charpy, dit aussi essai de flexion par choc Charpy, est de mesurer la résistance d'un matériau à une sollicitation dynamique. Pour cela, une éprouvette entaillée ou non (cas des plastiques et composites) est posée sur deux appuis et est rompue sous l'action du marteau d'un pendule qui vient la solliciter en son centre sur la face opposée à l'entaille, **figure II.6**.

La grandeur obtenue est une énergie, différence entre l'énergie initiale et finale du pendule.

Après correction des pertes dues au frottement, on obtient l'énergie nécessaire à la déformation et à la rupture de l'éprouvette, ( $U$ ), dont on déduit la résilience  $K$ , énergie de rupture, ( $U$ ), divisée par la section nominale à l'endroit de l'entaille. Cette grandeur s'exprime en Joules par  $cm^2$ . La résilience n'est pas une grandeur intrinsèque au matériau, mais fonction de la géométrie de l'entaille.

L'énergie de la rupture ( $U$ ) est représentée par l'expression suivante :

$$U = P(h_0 - h_1) - E_{frot} - E_{appuis} - E_{cin} \quad (II. 6)$$

Avec :

$h_0$  : Hauteur initiale du marteau,

$h_1$  : Hauteur finale du marteau,

$E_{frot}$  : Energie absorbée par frottement du pendule,

$E_{appuis}$  : Energie absorbée par la déformation des appuis,

$E_{cin}$  : Energie cinématique absorbée par l'éprouvette,

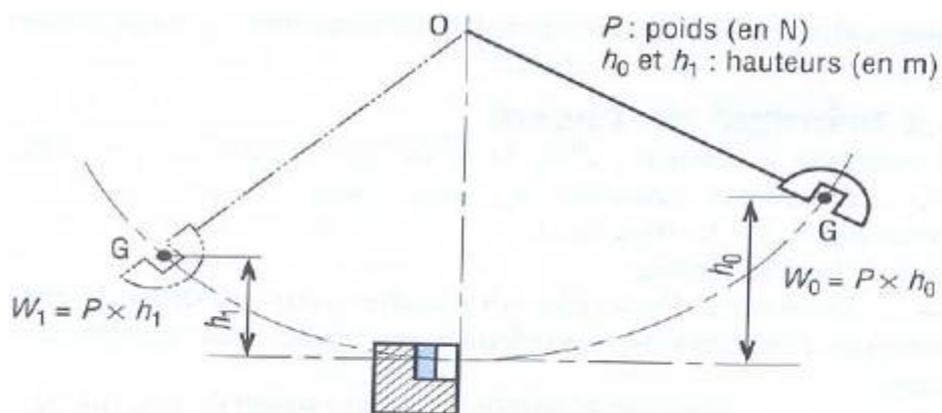
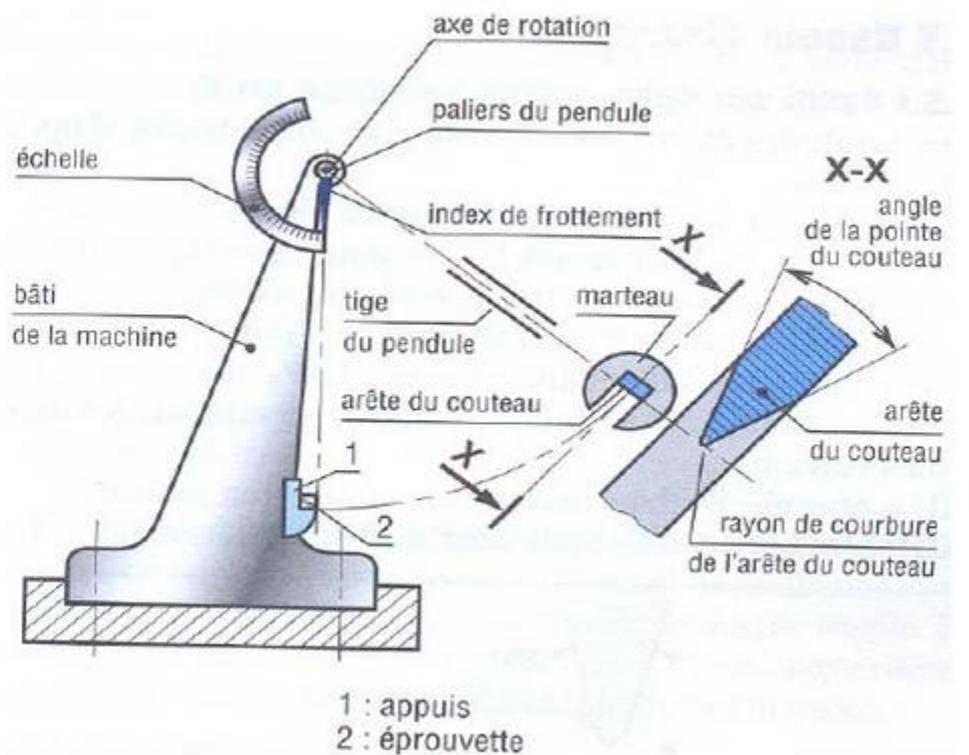
$P$  : Poids (marteau + bras).

Le mouton pendule de Charpy se compose d'un couteau fixé sur un marteau, qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe. Une partie de l'énergie emmagasinée dans la chute du pendule est utilisée pour rompre l'éprouvette. Le centre de gravité du pendule est toujours très voisin de l'arête du couteau du pendule, **Figure II.6**.

Pour exécuter l'essai Charpy, le couteau est écarté de la verticale d'une hauteur  $h_0$  correspondant à une énergie de départ  $W_0 = 25$  joules. On libère le couteau, qui dans sa chute, en passant à la verticale, rompt l'éprouvette. On mesure alors la hauteur  $h_1$  à laquelle remonte le pendule pour calculer l'énergie non absorbée  $W_1$ . L'énergie absorbée par l'éprouvette est représentée par la différence  $W_0 - W_1$ .

Avec,  $W_0 = P \cdot h_0$  et  $W_1 = P \cdot h_1$

(II. 7)



**Figure II.6.** Description du mouton-pendule Charpy et du positionnement de l'éprouvette.

### II.2.4.1.3. Manipulation et déroulement des essais

Les essais sont effectués sur un mouton pendule de type CEAST, modèle 17558, Société PHYWE (**figure II.7**) disponible au laboratoire des sciences de matériaux du département de mécanique.

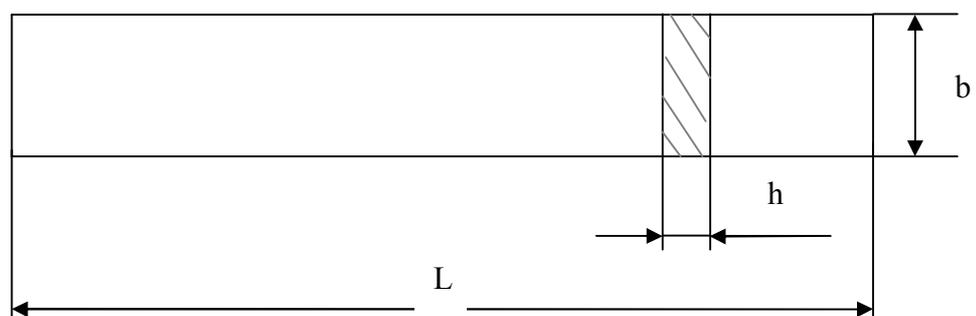
Le pendule a une énergie potentielle de 25 N.m et une vitesse constante de 3,8 m/s.



**Figure II.7.** Machine Charpy utilisée.

### II.2.4.1.4. Eprouvettes

Les épreuves utilisées sont de forme parallélépipédique, découpées à partir des plaques stratifiées de dimensions (300 x 300 mm) selon la norme ISO 171.1 équivalente à la norme ASTM 6110, [53], **Figure II.8**.



**Figure II.8.** Eprouvette d'essai de choc [53]

Tableau II.6. Dimensions des éprouvettes de choc selon la norme ISO 171.1.

Désignation	Dimension [mm]
<i>L</i> : longueur totale minimal	25 x h
<i>h</i> : épaisseur des éprouvettes	3 à 6
<i>b</i> : largeur des éprouvettes	15 ± 0,5

#### II.2.4.1.5. Réalisation de l'essai

Après avoir subies différents tests de vieillissement, les échantillons ont été soumis aux tests Charpy.

Au cours du mode opératoire, nous avons respecté certaines conditions :

- L'essai est réalisé à une température ambiante. Cette température, dans la salle d'épreuve, est stable ou conforme.
- Pour l'essai normal, l'énergie nominale du mouton est de 25 joules.
- L'échantillon ne doit pas comporter d'amorce de rupture.
- L'éprouvette doit être disposée sur les appuis du mouton de Charpy de manière à ce que l'arrêt du couteau du mouton vienne la frapper dans son milieu.

Le fonctionnement du mouton-pendule et le déroulement des essais suivent une procédure bien établie et répondent aux normes en vigueur. La valeur de l'énergie correspondante est directement prise en compte par un compteur (cadran angulaire de la machine), (figure II.7).

#### II.2.5. Caractérisation microscopique

Les micrographies permettent d'observer les faciès de rupture des échantillons suite à des sollicitations mécaniques et ayant subi les différents conditionnements. Elles ont pour objectif de déceler les changements opérés sur cette dernière suite à l'exposition aux environnements simulant un climat sévère.

Tel que mentionné dans la revue de la littérature, le froid, l'humidité, la température et les rayons ultraviolets pourraient engendrer la rupture de l'interface fibre/matrice, des microfissures et même des fissures. Ce sont ces dommages qui sont recherchés.

Les observations sont effectuées sur un microscope optique par réflexion de lumière à un grossissement de 20X (**figure II.9**).



**Figure II.9.**Microscope optique utilisé.

### **II.3. Conclusion**

Les techniques de caractérisation citées dans ce chapitre vont nous permettre de mieux connaître le matériau à son état initial et nous servir à établir des comparaisons après vieillissement et après sollicitations.

Dans de nombreux secteurs d'activités, le vieillissement doit être maîtrisé sinon il constitue un obstacle important à l'utilisation des matériaux composites polymères. Il n'y a pas un vieillissement des polymères mais des vieillissements, ceux-ci peuvent avoir une origine physique, chimique et les différents mécanismes sont souvent liés ou induits les uns par les autres.

La conception d'un produit en matériau polymère doit prendre en compte les effets du vieillissement de la matière sur les fonctions premières.

Le rayonnement ultraviolet, la température et l'humidité sont des facteurs prépondérants dans le processus de vieillissement. A l'échelle moléculaire, ce sont principalement les mécanismes d'oxydation et les modifications de structure de polymères qui provoquent le vieillissement.

La cinétique des processus de vieillissement dépend non seulement des caractéristiques intrinsèques du polymère, principal constituant du produit, et de ses autres composants tels que la teinture ou les stabilisants, mais également des conditions d'utilisation et de stockage ainsi que des modalités d'entretien.

Les résultats des tests de vieillissement artificiel doivent être interprétés avec prudence car les phénomènes observés lors du vieillissement naturel et ceux se produisant dans des conditions artificielles ne sont pas toujours concordants.

## **Chapitre III**

### **Etude expérimentale**

### III .1. Introduction

Dans ce chapitre, les résultats des différents essais expérimentaux réalisés dans le cadre de cette étude seront présentés.

Tout d'abord sont présentés les tests donnés par calcination dans le but de définir le taux de renfort des différents stratification, puis l'effet des phénomènes de vieillissement par des ultraviolets (rayons solaires (naturel), artificiels (accélééré)) et par gel sur le comportement mécanique en traction et au choc de plusieurs composites stratifiés (Verre/époxy, Verre/Carbone/époxy, Verre/Kevlar/époxy et Kevlar/époxy). Nous présentons par la suite les résultats des différents endommagements donnés par micrographie.

### III.2. Résultats et discussions

#### III.2.1 Caractérisation des matériaux composites.

##### III.2.1.1 Résultats des tests de calcination.

Des coupons composites ont été prélevés dans les plaques d'où proviennent les éprouvettes. Des mesures ont été effectuées pour des éprouvettes provenant de chacune des plaques pour vérifier l'uniformité des moulages et pour améliorer la précision du calcul des taux volumiques.

La mesure des taux de constituants est obtenue à partir d'un essai de pyrolyse. Une éprouvette de composite est pesée puis mise au four pour en brûler la matrice. Les résidus, exclusivement constitués de renforts nus, sont ensuite pesés. La fraction massique de renfort est donc directement obtenue. Les fractions volumiques sont quant à elles évaluées en multipliant le taux massique par le rapport entre la masse volumique du constituant et du composite.

Les résultats obtenus pour cette étude sont limités à la détermination des taux massiques et sont résumés dans le tableau III.1

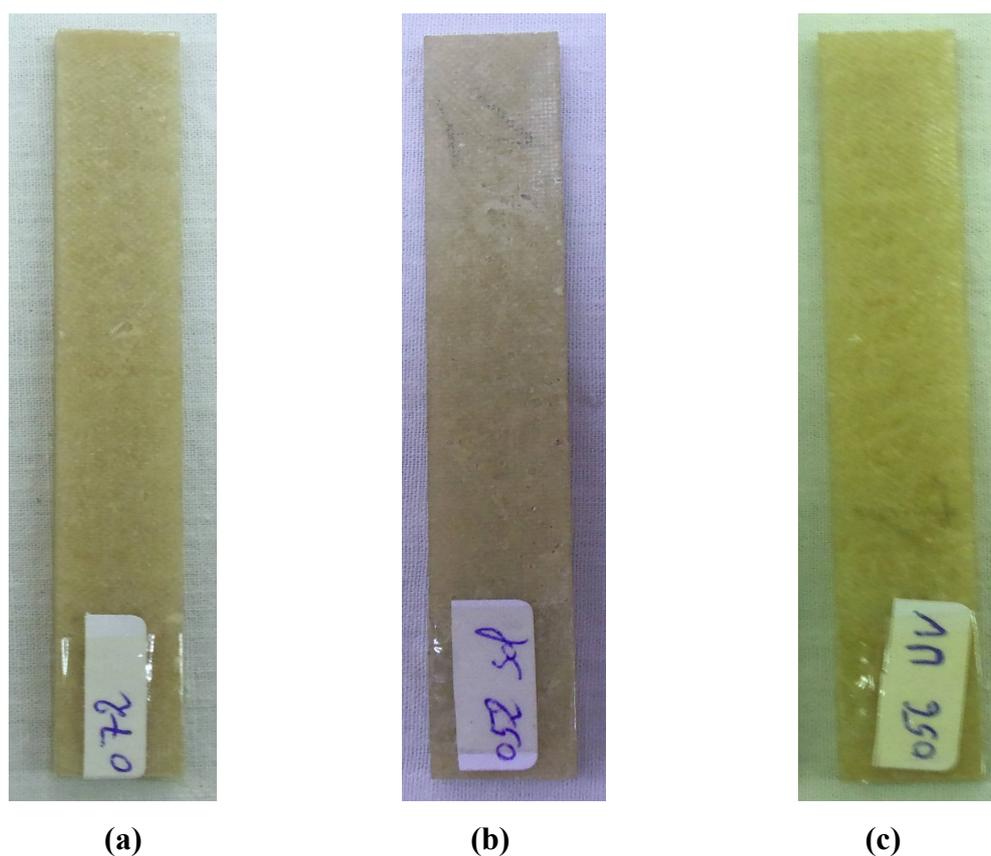
*Tableau III.1 Résultats des tests de calcination.*

Type de stratifié	(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)
Fraction massique	52,7%	60%	64,78%	45,78%	72,51%	43,66%	48,01%

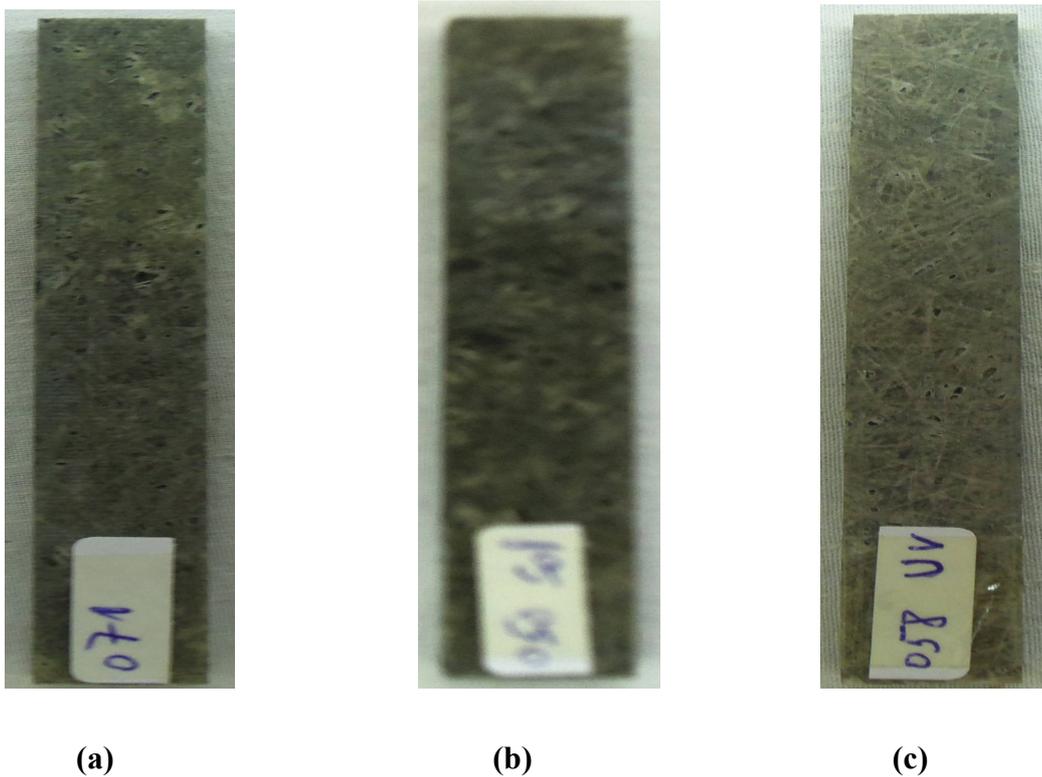
### III.2.2.Observations visuelles

Parmi les conséquences du vieillissement aux rayons ultraviolets sur les composites de la présente étude exposés à l'air lumineux, le changement d'aspect fut très net. Nous avons constaté qu'après 150 heures d'exposition aux rayons solaires et à 30 heures aux rayons UV (vieillissement accéléré), un changement de couleur a été observé.

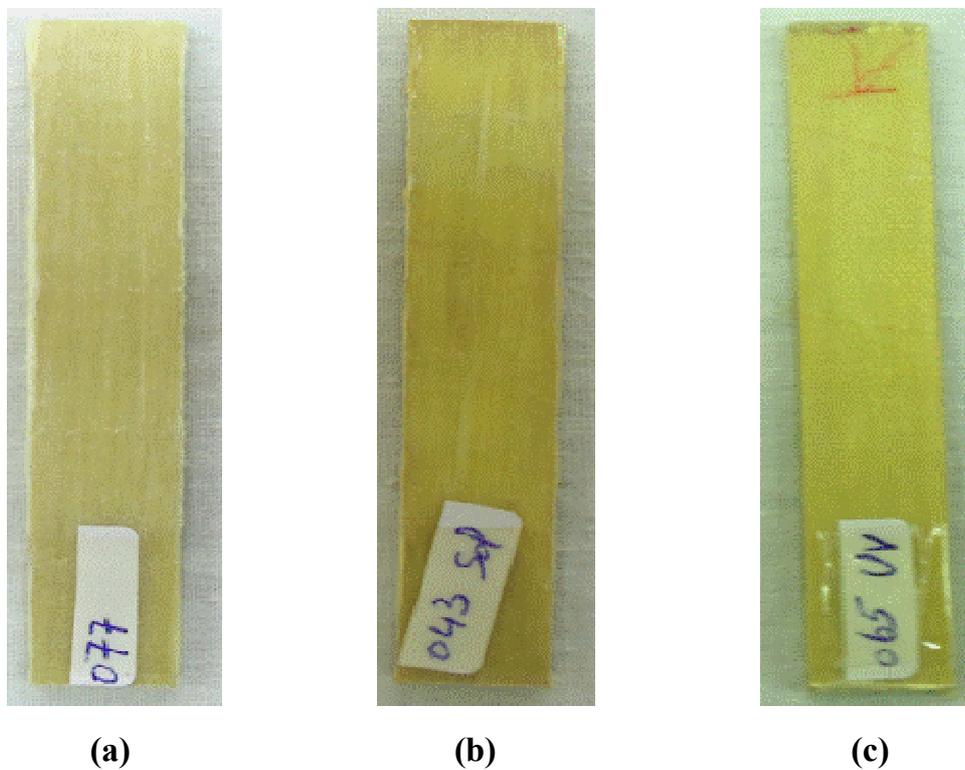
La figure III.1 présente les photographies des éprouvettes stratifiées, de référence et de ceux ayant subis l'exposition à l'air lumineux pendant la durée de vieillissement. Elle montre le changement de couleur pour le composite verre/époxy du **stratifié A**. Ce changement est caractérisé par le changement de couleur de la matrice époxyde, elle varie du marron jaunâtre pour le cas de l'éprouvette stratifiée non vieilli, marron foncé pour le cas de l'éprouvette stratifiée vieillie aux rayons solaires, jusqu'au jaune brillons pour le cas de l'éprouvette stratifiée vieillie aux UV.



**Figure III.1.** Changement de couleur du composite Verre/Epoxy **stratifié A** au cours du vieillissement: a) non vieilli, b) vieillissement naturel et c) vieillissement au UV.



**Figure III.2.** Changement de couleur du composite hybride Verre/Carbone/Epoxy stratifié D au cours du vieillissement: a) non vieilli, b) vieillissement naturel et c) vieillissement au UV.



**Figure III.3.** Changement de couleur du composite Verre/Kevlar/Epoxy stratifié G au cours du vieillissement: a) non vieilli, b) vieillissement naturel et c) vieillissement au UV.

### III.2.3. Caractérisation mécanique

La première partie présentera les résultats des essais de traction : les courbes contrainte déformation et les principales propriétés en traction. Une analyse des morphologies de rupture en traction sera réalisée, afin de comprendre le mécanisme de rupture au niveau macroscopique. Même si les observations ont été faites sous microscope optique, le terme “macroscopique” sera utilisé pour le distinguer du mécanisme de rupture mis en évidence par les analyses microstructurales.

La deuxième partie traite l'énergie dissipée au cours des essais de sollicitation dynamique (choc) dans des conditions endommageantes.

Enfin, Les faciès de rupture en traction et en choc seront analysés minutieusement dont le but de trouver le moindre détail pouvant décrire le processus de rupture à l'échelle macroscopique. De plus, l'influence des conditions de chargement sur la morphologie des faciès de rupture sera étudiée.

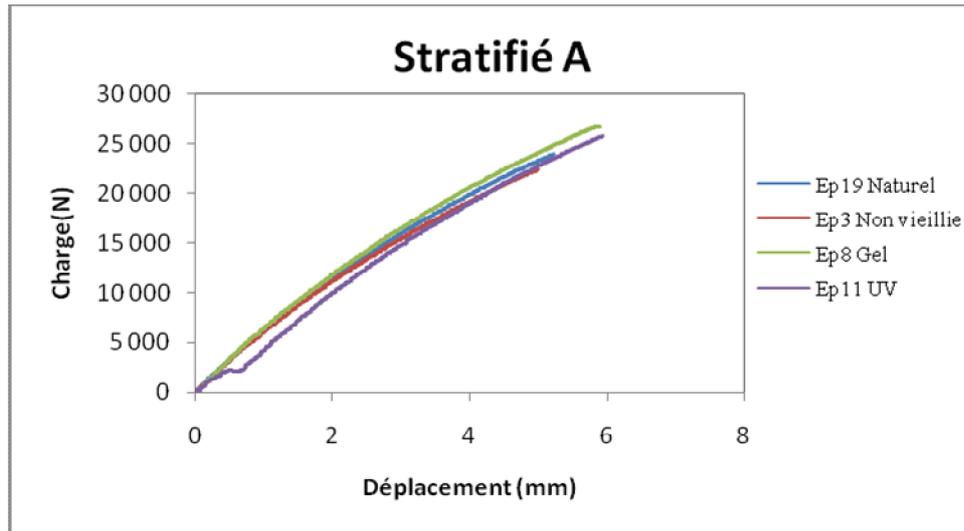
#### III.2.3.1. Essai de traction

Dans cette partie, nous chercherons à évaluer les conséquences du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques des différents stratifiés. Pour cela, nous effectuerons des essais de traction uniaxiale afin de suivre l'évolution de l'allongement et la charge à la rupture des éprouvettes de stratifiés au cours du vieillissement. Les résultats obtenus seront alors analysés à la lumière des mécanismes mis en évidence.

Pour cela, des éprouvettes parallélépipédiques de différentes épaisseurs, 25 mm de largeur et 250 mm de longueur ont été découpées dans le sens transversal puis soumises à des tests de traction uniaxiale à une vitesse de déplacement de 2 mm/min.

Lors de cet essai, les éprouvettes ont été chargées en traction monotone jusqu'à la rupture. La figure III.4, montre l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal, et est obtenue expérimentalement pour les quatre éprouvettes du **stratifié A** découpées de la même plaque dans la direction longitudinale et ayant subits différents tests de vieillissement : naturel de 150 heures, gel de 150 heures et UV de 30 heures.

Les éprouvettes vieilles sous différents vieillissements, seront testées en traction aux conditions ambiantes et comparées à l'éprouvette de référence non vieillie.



**Figure III.4.** Représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal du **stratifié A**

Les tests de traction charge déplacement effectués à la vitesse de 2 mm/min sur les éprouvettes vieilles et l'éprouvette de référence montrent un comportement fragile : déplacement inférieure à 6 mm pour les quatre éprouvettes, avec presque une même allure des courbes. Cependant la variation principale se réside au niveau des charges à la rupture.

Ce comportement se traduit par des courbes reliant la contrainte à l'allongement relatif (%).

Pour diminuer l'effet de dispersion due aux problèmes de dimensions des éprouvettes, nous avons tracé les courbes contrainte/déformation à la base de l'utilisation des résultats obtenus (charge/déplacement) en tenant compte des dimensions des différentes éprouvettes testées.

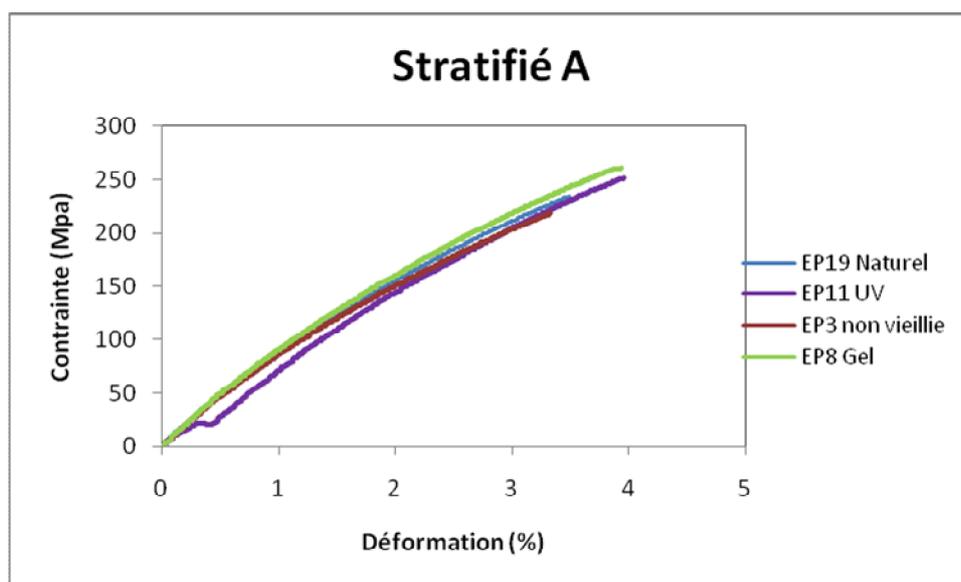
La figure III.5 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale du **stratifié A**. L'allure des courbes contrainte-déformation pour les quatre échantillons est identique.

Le comportement est en première approximation élastique linéaire jusqu'à une certaine valeur. Ensuite, un nouveau régime pseudo-linéaire s'établit jusqu'à la rupture.

L'exposition à la lumière du stratifié verre /époxy entraîne une évolution de ces propriétés. Après 150 heures de vieillissement, on observe une nette évolution de ces propriétés mécaniques. Pour la contrainte à la rupture du stratifié, il y a une légère augmentation de cette dernière par rapport à l'éprouvette de référence.

L'effet du gel sur la résistance à la traction est très important, pour toutes les éprouvettes ayant subis ce phénomène et testées à température ambiante, il y a eu une importante amélioration des contraintes, et du module d'élasticité du stratifié A. Ces évolutions sont cohérentes avec les

éléments trouvés dans la bibliographie [54].



**Figure III.5.** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du stratifié A.

Au vue des essais de traction réalisés sur des éprouvettes verre/époxy après différentes tests de vieillissement, on peut noter les modifications suivantes sur les courbes contrainte / déformation.

Les éprouvettes testées présentent un comportement quasi- linéaire et les courbes montrent des changements de pente qui permettent de distinguer les parties suivantes:

- Une région élastique qui correspond à la première partie linéaire des courbes; elle peut être définie par le module initial  $E$ . Le comportement du matériau dans cette région est géré par l'accommodation de la phase amorphe isotrope.
- Une région d'assouplissement dans laquelle les contraintes peuvent être relaxées, la phase amorphe isotrope continue à s'accommoder et se réaligner. Ce processus se traduit par une déformation sensible du matériau sans nécessiter des contraintes de valeurs élevées. Les changements ont lieu exclusivement dans la phase amorphe isotrope jusqu'au moment où elle se trouve toute tendue, se ressemblant à la phase amorphe orientée [55].
- C'est là où le mécanisme de rupture s'amorce sur la surface de la fibre jusqu'à l'arriver à la rupture finale de l'échantillon.

L'observation des courbes contrainte-déformation des quatre éprouvettes stratifiés montre que:

- Pour les faibles déformations (inférieures à 2%), les quatre échantillons ont un comportement identique. Dans ce domaine de déformation, la forme de la courbe est sensiblement linéaire et donc le module d'élasticité  $E$  est assez proche pour les quatre éprouvettes.

- Pour les faibles déformations (inférieures à 2%), les quatre échantillons ont un comportement identique. Dans ce domaine de déformation, la forme de la courbe est sensiblement linéaire et donc le module d'élasticité  $E$  est assez proche pour les quatre éprouvettes.
- Entre 2 et 3,5% de déformation, les courbes de traction des trois éprouvettes se superposent.
- Au-delà de cette déformation, les courbes de traction des deux autres se séparent, en montrant une rigidité supérieure.

L'éprouvette vieillie sous UV et l'éprouvette ayant subi un gel possèdent une contrainte et une déformation à rupture supérieures à celles des autres éprouvettes.

Les valeurs correspondantes de la contrainte et de la déformation à la rupture, ainsi que du module d'élasticité (ou module d'Young) sont données dans le tableau III.2, et déduites des courbes de comportement contrainte-déformation. Le module d'élasticité est calculé d'après la norme ASTM équivalente à la norme ISO 527-1 à une pente entre (0,5 à 1) % de la déformation.

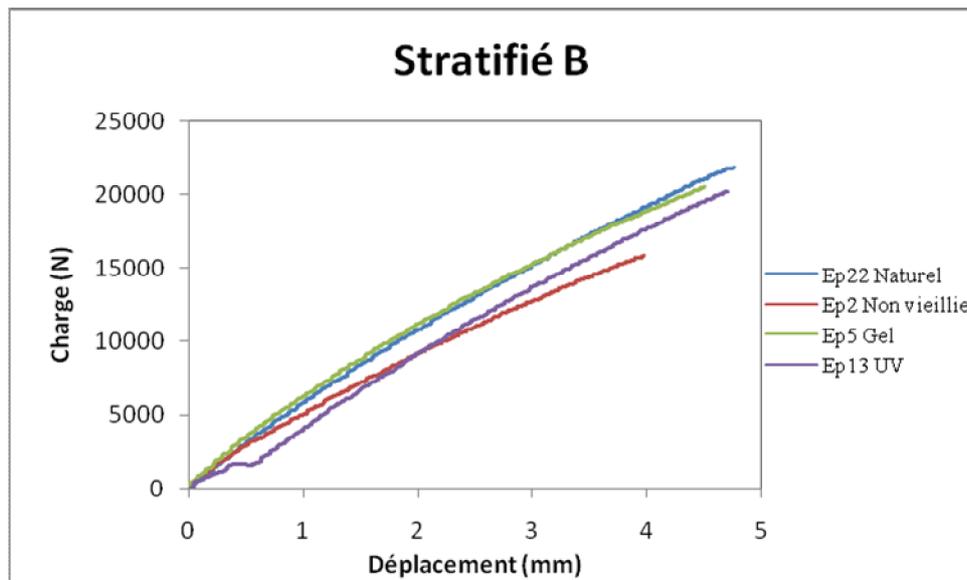
**Tableau III.2** Caractéristiques mécaniques mesurées du stratifié A

Type de vieillissement	Contrainte maximale $\sigma_{\max}$ (MPa)	Déformation $\epsilon$ (%)	Module d'Young $E$ (GPa)
Non vieilli	225 ± 5	3,3± 0,03	79± 4
Naturel	245 ± 15	3,4± 0,08	82± 9
UV	258 ± 10	3,9± 0,05	86± 11
Gel	265 ± 5	3,9± 0,09	83± 5

La figure III.6, montre l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal pour les quatre éprouvettes du stratifié B.

Le stratifié B a un empilement et une fraction volumique différente du stratifié A, les éprouvettes de ce stratifié ont été vieilles dans les mêmes conditions que le stratifié A. L'allure des courbes de ce stratifié est pratiquement la même que le stratifié A, mais avec une légère dispersion au niveau des charges et déplacements à la rupture.

Cependant on constate une amélioration des caractéristiques mécanique pour les éprouvettes vieilles sous différents conditions de vieillissement.

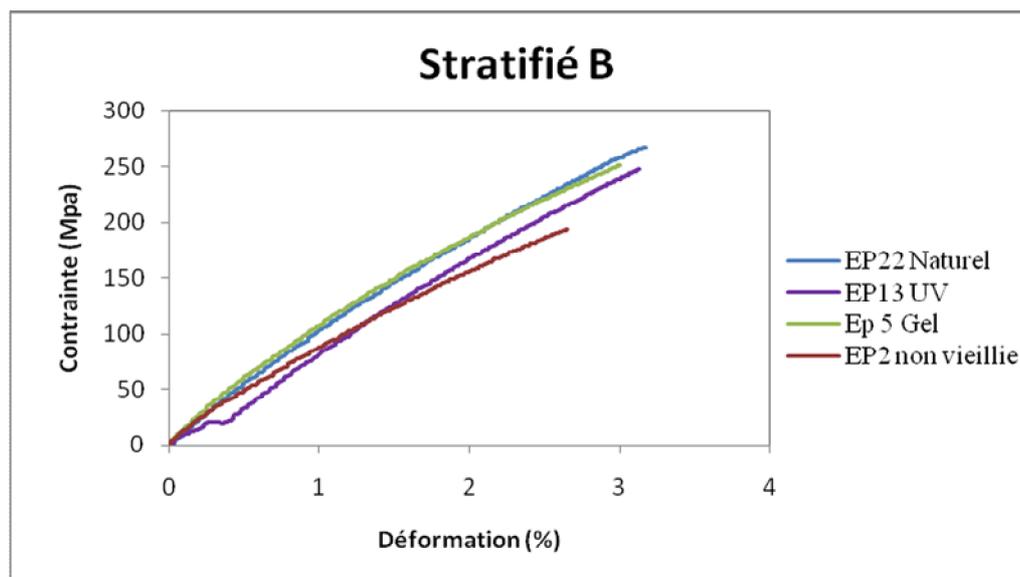


**Figure III.6.** Représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal du **stratifié B**

L'observation des courbes contrainte-déformation des quatre éprouvettes du stratifié **B** montre que :

- Une dispersion des caractéristiques mécaniques.
- Pour les faibles déformations (inférieures à 2%), les éprouvettes gelées et vieilles naturellement ont un comportement identique et se superposent.

Dans ce domaine de déformation, la forme de la courbe et à peu près identique et les modules d'élasticité  $E$  sont assez proches comme le montrent les résultats donnés dans le tableau III.3.



**Figure III.7.** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du **stratifié B**.

L'éprouvette vieillie sous UV et l'éprouvette de référence possèdent une contrainte et une déformation à rupture inférieures à celles des éprouvettes vieillies naturellement et par gel.

Comme dans le cas du stratifié A, il a été constaté d'après les résultats regroupés dans le tableau III.3 que les caractéristiques du stratifié B ont augmenté après vieillissement.

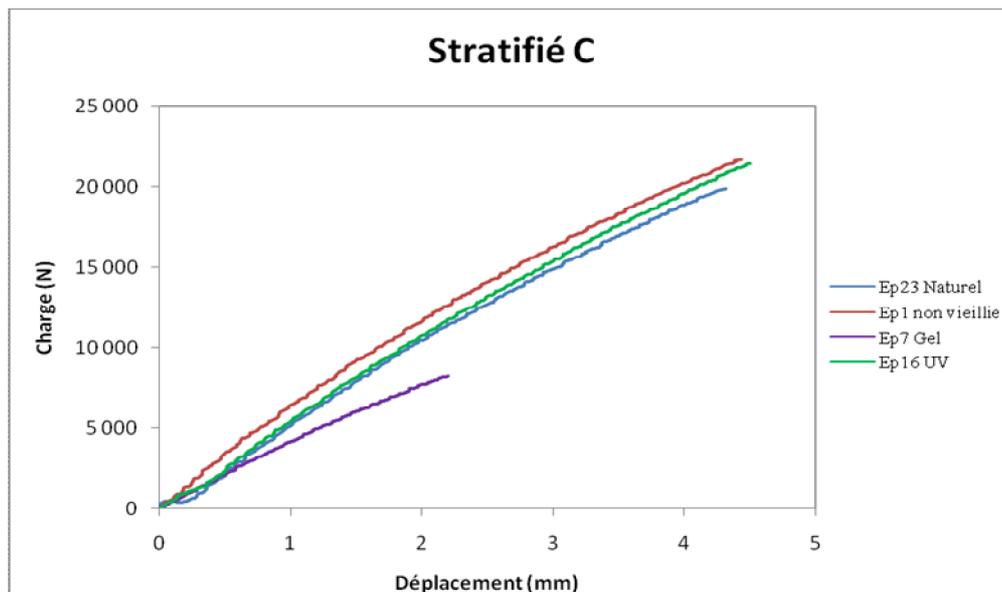
**Tableau III.3 :** Caractéristiques mécaniques mesurées du **stratifié B**.

Type de vieillissement	Contrainte maximale $\sigma_{\max i}$ (MPa)	Déformation $\epsilon$ (%)	Module d'Young E (GPa)
Non vieilli	190 ± 3	2,6± 0,04	78± 2
Naturel	260 ± 12	3,1± 0,07	96± 14
UV	255 ± 10	3,1± 0,03	99± 11
Gel	247 ± 8	3±0,02	94± 7

La figure III.8 montre l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal pour les quatre éprouvettes du **stratifié C**.

Nous rappelons que les éprouvettes du **stratifié C** ont été vieillies dans les mêmes conditions que les stratifiés A et B.

La figure III.8 montre un comportement fragile: déplacement inférieure à 5 mm pour les quatre éprouvettes du **stratifié C**. L'observation des courbes charge déplacement des ces éprouvettes du stratifié C montre un décalage de la courbe de l'éprouvette vieillie par gel.

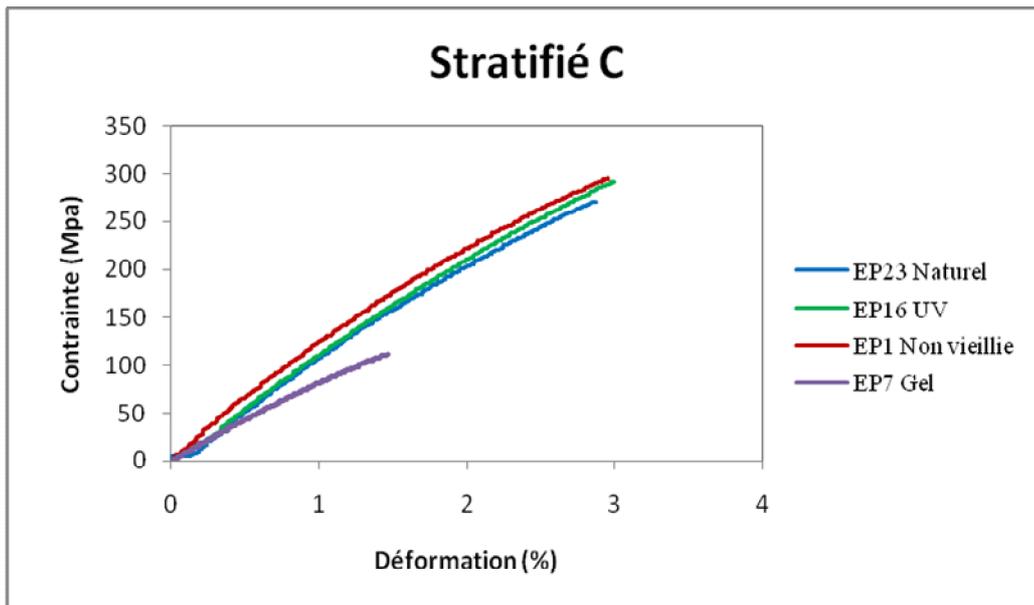


**Figure III.8.** Représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal du **stratifié C**.

L'allure des courbes des éprouvettes vieillies naturellement et artificiellement est à peu près similaire avec l'éprouvette de référence.

Le comportement du matériau est de type élastique (1<sup>ère</sup> phase linéaire) endommageable (2<sup>ème</sup> phase quasi-linéaire).

La figure III.9 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation du **stratifié C**. L'allure des courbes contrainte déformation pour les quatre éprouvettes montre une nette différence du comportement de l'éprouvette gelée



**Figure III.9.** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du **stratifié C**.

L'exposition à la lumière du stratifié verre /époxy affecte ses propriétés. Ce phénomène se traduit par une légère diminution de la contrainte à la rupture du stratifié par rapport à l'éprouvette de référence. Pour le cas de l'éprouvette vieillie naturellement la contrainte diminue d'environ 3,4%, elle diminue de 1,7% dans le cas d'une exposition aux UV et diminue considérablement dans le cas d'un vieillissement par gel 55,2%.

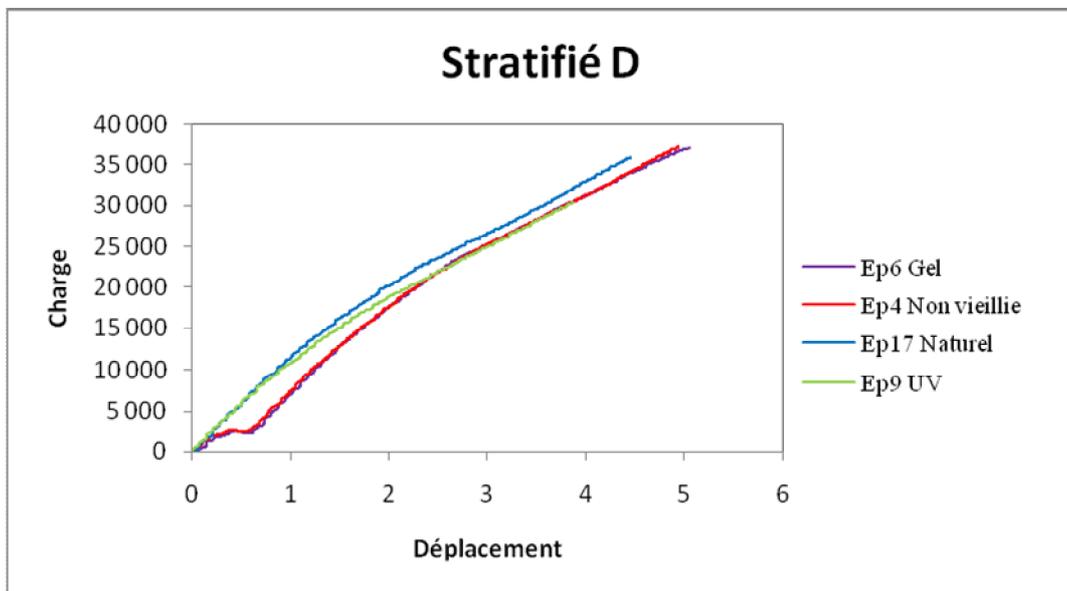
Les mêmes constatations ont été faites sur la variation de l'allongement à la rupture. Elle diminue considérablement pour le cas du vieillissement par gel, par contre elle augmente légèrement par rapport à l'éprouvette de référence dans le cas du vieillissement naturel et sous UV.

L'analyse des valeurs numériques (tableau III.4) indique cette importante différence de déformation à la rupture et contrainte à rupture entre l'éprouvette vieillie par gel et celle de référence.

**Tableau III.4 :** Caractéristiques mécaniques mesurées du stratifié C.

Type de vieillissement	Contrainte maximale $\sigma_{\max}$ (MPa)	Déformation $\epsilon$ (%)	Module d'Young E (GPa)
Non vieilli	290 ± 5	2,8 ± 0,05	116 ± 7
Naturel	280 ± 10	2,8 ± 0,07	113 ± 5
UV	285 ± 7	2,9 ± 0,09	114 ± 3
Gel	130 ± 17	1,4 ± 0,02	78 ± 11

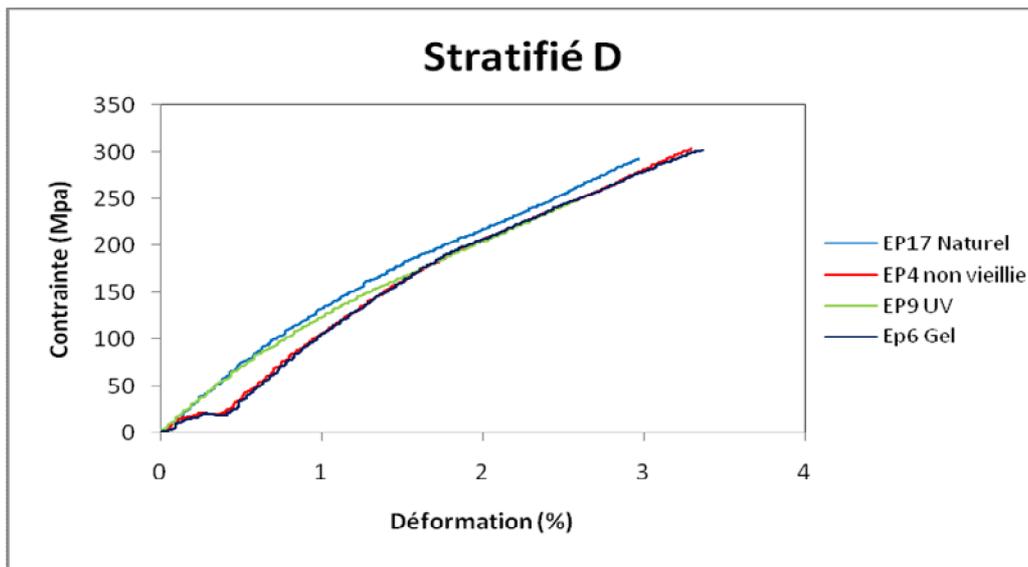
La figure III.10 montre l'évolution de la charge en fonction du déplacement du stratifié hybride verre/carbone/époxy **stratifié D**, présentant un comportement fragile, signalé sur les courbes par un déplacement d'environ 5 mm pour les trois éprouvettes et 4 mm pour l'éprouvette vieillie par UV.



La figure III.10. Représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal du **stratifié D**.

L'observation des courbes contrainte-déformation (**Figure III.11**) des quatre éprouvettes stratifiées **D** montre:

- Une dispersion des caractéristiques mécaniques
- Pour les faibles déformations (inférieure à 1%), les éprouvettes vieillies sous UV et naturellement ont un comportement identique et se superposent. Au-delà de cette valeur la dispersion est assez claire, donnant des valeurs de contrainte et de déformation différentes pour le reste des éprouvettes.
- Le comportement de l'éprouvette vieillie par gel, est à peu près identique à celui de l'éprouvette de référence et les courbes se superposent jusqu'à la rupture.



**Figure III.11.** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du stratifié D.

L'analyse des valeurs numériques (**tableau III.5**) indique une diminution des caractéristiques mécaniques des éprouvettes vieilles naturellement de 2,3%, de 15,5% sous UV par rapport à l'éprouvette de référence et pratiquement aucune variation pour l'éprouvette vieillie par gel.

**Tableau III.5 :** Caractéristiques mécaniques mesurées du stratifié D.

Type de vieillissement	Contrainte maximale $\sigma_{\max}$ (MPa)	Déformation $\epsilon$ (%)	Module d'Young E (GPa)
Non vieilli	302 ± 5	3,2± 0,03	139± 6
Naturel	295 ± 5	2,9± 0,06	118± 4
UV	255 ± 15	2,5± 0,03	106± 12
Gel	302 ± 7	3,3± 0,06	143± 8

Les résultats des essais de traction effectués offrent beaucoup d'information sur les effets du type de vieillissement par rapport à l'éprouvette n'ayant pas subi aucun vieillissement. La résistance en traction des composites est une propriété principalement déterminée par les renforts. Le gel a, quant à lui, provoqué un changement plus marqué des propriétés mesurées.

Pour le cas du stratifié A, une amélioration de 18 % est observée à -18 °C de la résistance en traction. Cette observation vient corroborer l'hypothèse de base selon laquelle le renforcement de la matrice provoqué par une baisse de température améliore la résistance d'un composite.

L'influence des UV, encore une fois les résultats de la présente étude dévient de l'information trouvée dans la littérature en montrant une amélioration marquée de la résistance en traction.

### III.2.3.2 Essai de choc

La connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction peut être insuffisante, puisque des ruptures peuvent être obtenues en dessous de la limite élastique dans des conditions particulières qui rendent le matériau fragile.

Les facteurs fragilisant sont :

- La nature du matériau.
- Les conditions de leur mise en œuvre
- Le Vieillissement naturel et artificiel.

Lors de l'exposition des stratifiés il se produit, avec le temps, un phénomène de vieillissement se traduisant principalement par des modifications des couleurs et une fragilisation des fibres. Parmi les facteurs participant au vieillissement, tels que la température, l'humidité relative, l'influence de l'oxygène, la présence de polluants et de poussières, c'est à l'influence de la lumière qu'est consacré dans cette étude.

Lorsqu'une fibre est soumise au rayonnement solaire, elle voit ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques modifiées. De nombreux travaux étudient le comportement d'une fibre soumise sélectivement à des irradiations dans différents domaines spectraux.

Dans notre étude, les stratifiés ont été soumis à des vieillissement par la lumière du jour, une lumière artificielle UV (365nm) et un gel à -18°C. Les deux modes de vieillissement par irradiation ont été choisis : le premier, naturel, en plaçant les éprouvettes à l'air lumineux et le second, artificiel en utilisant une enceinte avec une lampe imitant le spectre UV de longueur d'onde de 365nm. Le premier mode utilisé consiste à exposer les éprouvettes directement au rayonnement solaire où les échantillons subissent une alternance de jour et nuit tout au long de la période d'exposition de 150 heures.

Le deuxième type d'exposition correspond à un vieillissement artificiel accéléré pendant 30 heures.

Un rayon lumineux est porteur d'énergie, celle-ci dépend de la longueur d'onde associée. Si elle est suffisamment élevée, elle peut être à l'origine de la dégradation du polymère. Le rayonnement UV qui possède de faibles longueurs d'onde et donc une énergie élevée est particulièrement néfaste.

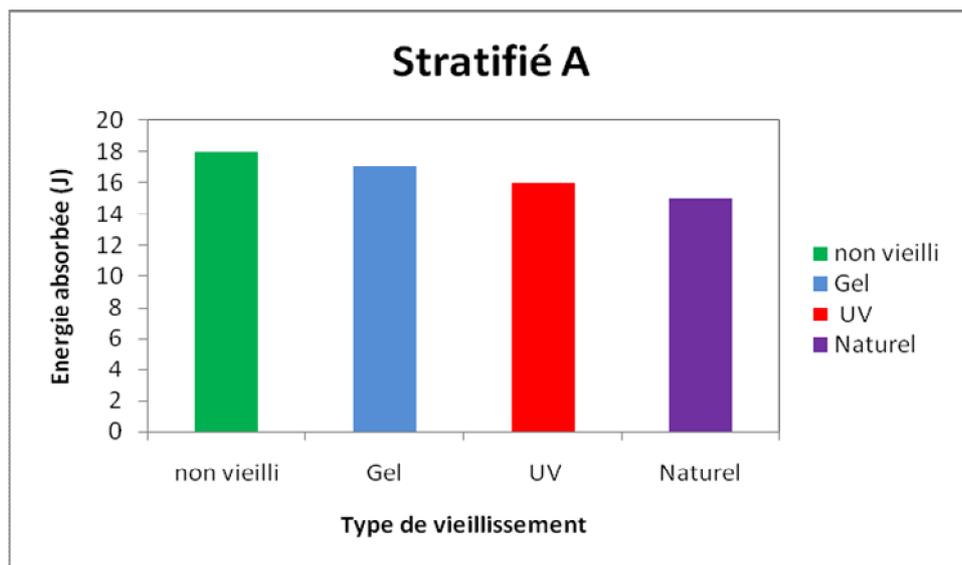
Parmi les essais de choc, l'essai Charpy a été choisi. Il a pour but de déterminer la résistance aux chocs des matériaux. On mesure ce que l'on appelle leur résilience, c'est-à-dire l'énergie consommée pour rompre une éprouvette de référence de section égale à 1cm<sup>2</sup> en utilisant un « mouton-pendule ».

Pour cerner l'effet du vieillissement sur le comportement au choc des structures stratifiées, une série de tests d'impact a été menée pour des types d'éprouvettes vieillies différemment.

Afin de limiter l'effet de la dispersion des résultats, un minimum de trois éprouvettes ont été testés. Il est à noter que les échantillons sont tous impactés sur le côté vieilli et sur des éprouvettes non entaillées.

La figure III.12 et le tableau III.6, représentent respectivement l'évolution de l'énergie absorbée et la résilience du **stratifié A** pendant l'essai de choc en fonction du type de vieillissement.

On voit clairement que pour ce type de stratifié, le vieillissement influe nettement sur l'énergie absorbée et par conséquent sur la résilience. L'éprouvette soumise à un vieillissement solaire est nettement affectée et présente une faible énergie par rapport à celles vieillies par gel et par UV.



**Figure III.12.** Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **stratifié A**.

Les valeurs des énergies mesurées relatives à chaque type d'éprouvettes et comme le montre la figure III.12 ont un effet remarquable sur le comportement des structures composites soumises aux chocs. En effet, on remarque que l'énergie d'impact la plus faible à laquelle il y a rupture est à celle vieillie naturellement.

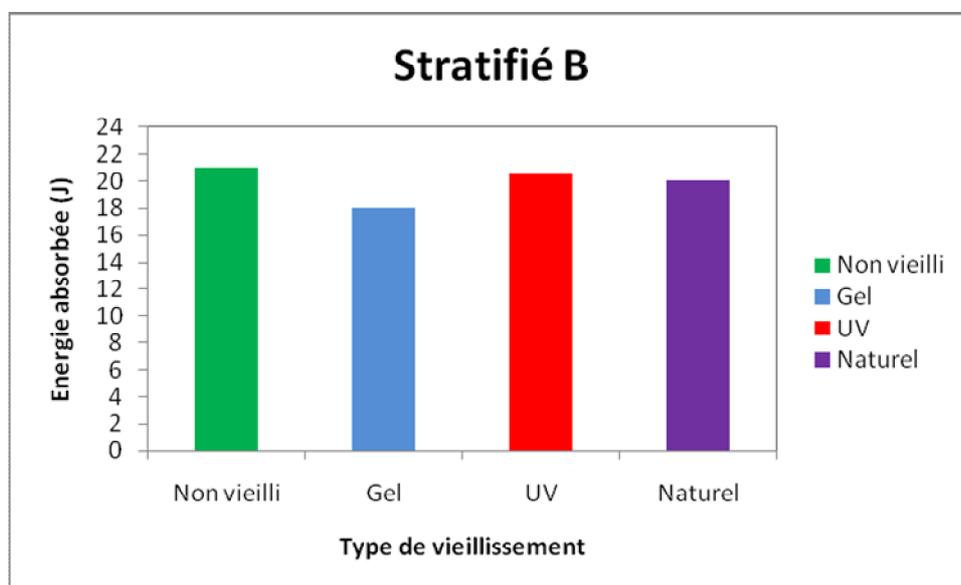
Le stratifié gelé requiert la plus grande énergie de rupture ( $17 \text{ J/cm}^2$ ) comparativement aux autres.

Le tableau III.6 représente la variation de K et U pour différents types de vieillissement du **stratifié A**.

**Tableau III.6.** Variation de K et U pour différents types de vieillissement du **stratifié A**.

Type de vieillissement	U (J)	K (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	18 ± 3	27 ± 4
<i>Naturel</i>	15 ± 2	22 ± 3
<i>UV</i>	16 ± 2	24 ± 3
<i>Gel</i>	17 ± 2	23 ± 3

La figure III.13 met clairement en évidence l'influence de la nature du vieillissement sur le stratifié B. Pour ce type de stratifié on observe une dispersion des valeurs des énergies mesurées.

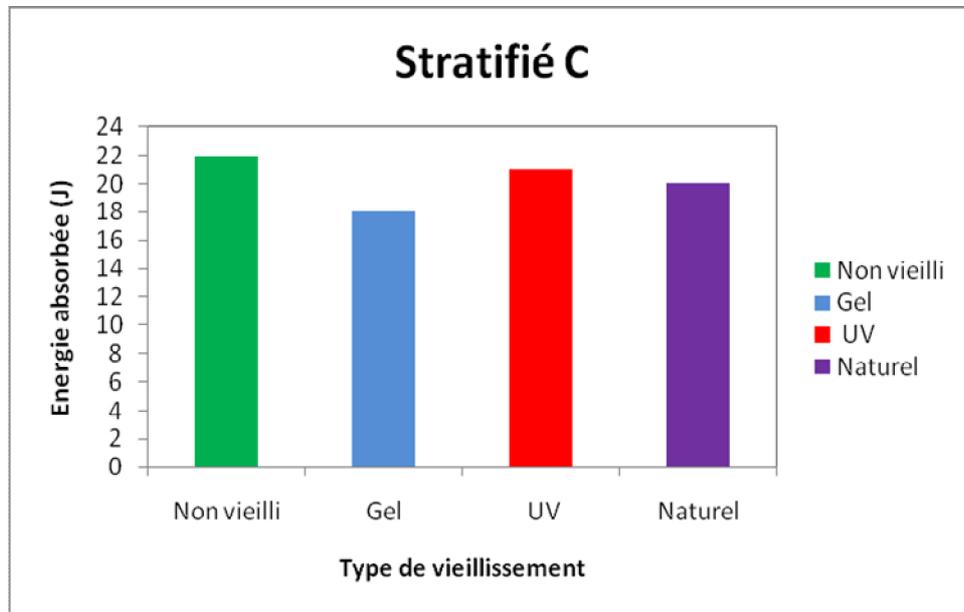
**Figure III.13.** Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **stratifié B**.

Le Tableau III.7 représente les valeurs d'énergies U et des résiliences K obtenues pour le **stratifié B** vieilli sous différentes conditions.

**Tableau III.7.** Variation de K et U pour différents type de vieillissement du **stratifié B**.

Type de vieillissement	U (J)	K (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	21 ± 1,5	41 ± 2
<i>Naturel</i>	20 ± 2	39 ± 3
<i>UV</i>	20,5 ± 1,5	40 ± 2
<i>Gel</i>	18 ± 1	35 ± 1,5

La figure III.14 montre l'influence de la nature du vieillissement sur le stratifié C. Les valeurs des énergies mesurées pour ce type de stratifié sont à peu près similaires.



**Figure III.14.** Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **stratifié C**.

Le Tableau III.8 représente les valeurs d'énergies U et des résiliences K obtenues pour le **stratifié C** vieilli sous différentes conditions.

**Tableau III.8.** Variation de K et U pour différents type de vieillissement du **stratifié C**.

Type de vieillissement	U (J)	K (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	22 ± 1	49 ± 2
<i>Naturel</i>	20 ± 1	45 ± 2
<i>UV</i>	21 ± 1	47 ± 2
<i>Gel</i>	18 ± 2	40 ± 3

La figure III.15 représente l'influence de la nature du vieillissement sur le stratifié **hybride D** verre/carbone/époxy. Pour ce type de stratifié on ne trouve pas le même type de classement observé que pour les stratifiés A, B et C.

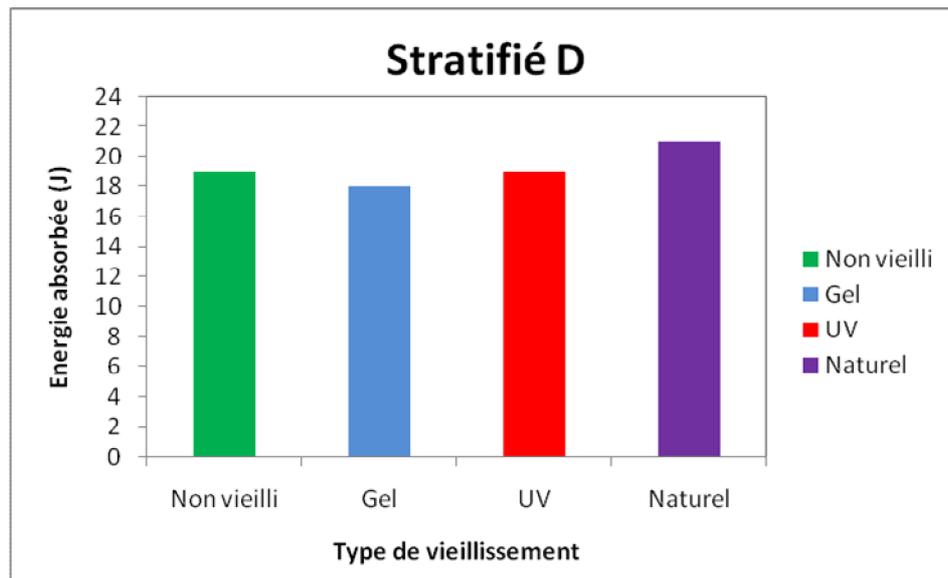


Figure III.15. Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **Stratifié D**.

Le Tableau III.9 représente les valeurs d'énergies **U** et des résiliences **K** obtenues pour le **stratifié D** vieilli sous différentes conditions.

**Tableau III.8.** Variation de **K** et **U** pour différents type de vieillissement du **stratifié D**.

Type de vieillissement	<b>U (J)</b>	<b>K (J/cm<sup>2</sup>)</b>
<i>Non vieilli</i>	19 ± 2	24 ± 3
<i>Naturel</i>	21 ± 1	27 ± 2
<i>UV</i>	19 ± 1,5	24 ± 2
<i>Gel</i>	18 ± 3	23 ± 4

La figure III.16 représente l'influence de la nature du vieillissement sur le stratifié hybride E verre/époxy. Pour ce type de stratifié, l'influence du vieillissement se traduit par une diminution des valeurs des énergies par rapport à l'éprouvette standard.

Le tableau III.10 représente les valeurs des énergies **U** et des résiliences **K** obtenues pour le **stratifié E** vieilli sous différentes conditions. Pour ce stratifié on observe une dispersion des valeurs des énergies mesurées.

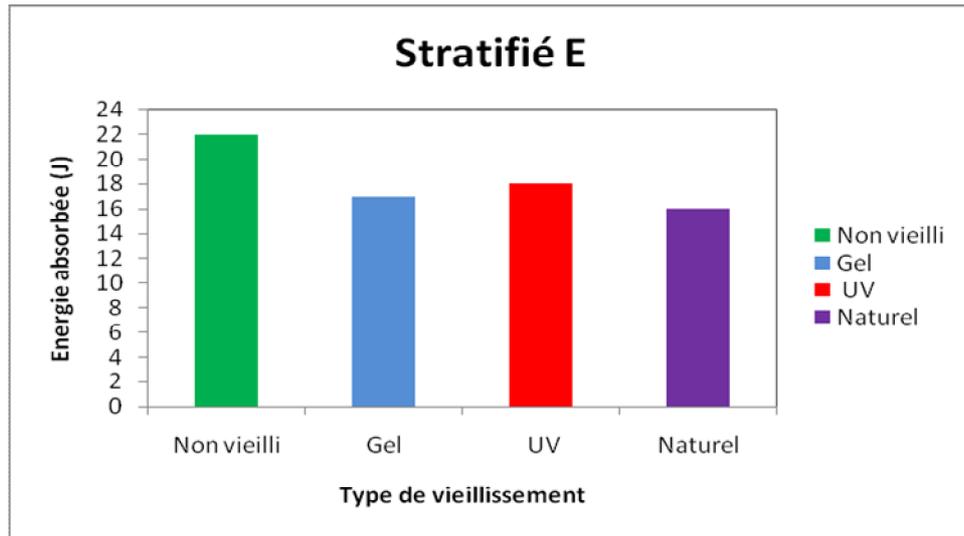


Figure III.16. Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **Stratifié E**.

**Tableau III.10.** Variation de K et U pour différents type de vieillissement du **stratifié E**

Type de vieillissement	U (J)	K (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	22 ± 2	35 ± 3
<i>Naturel</i>	16 ± 2	25 ± 3
<i>UV</i>	18 ± 0,5	29 ± 2
<i>Gel</i>	17 ± 1,5	27 ± 1

A l'inverse, des essais réalisés précédemment, le stratifié **F** montre bien le comportement du matériau devient totalement différent et les valeurs mesurées sur des éprouvettes vieilles sous différentes conditions sont nettement supérieures à celles des essais réalisés sur l'éprouvette témoin. Ce comportement a été expliqué par Salehi-Khojin [56].

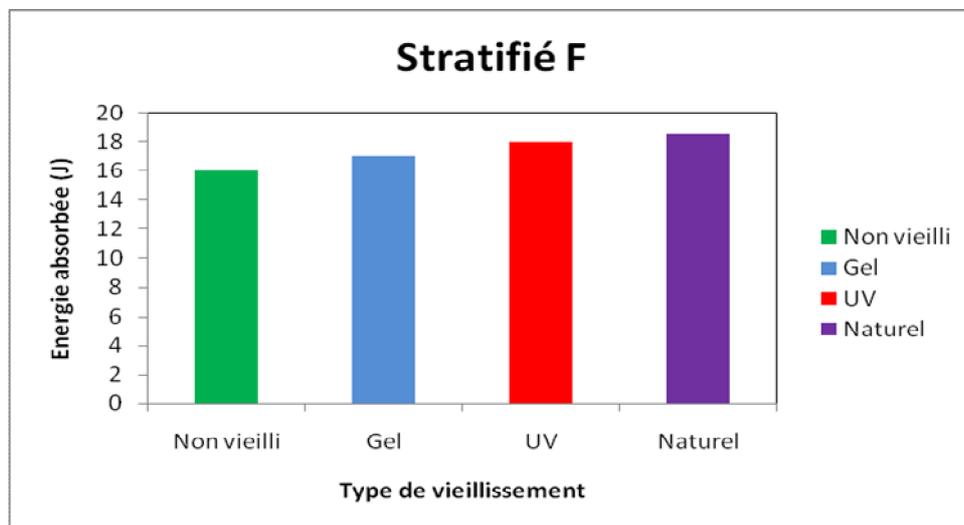


Figure III.18. Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **Stratifié F**.

Le tableau III.11 représente les valeurs d'énergies  $U$  et des résiliences  $K$  obtenues pour le stratifié **F** vieilli sous différentes conditions.

**Tableau III.11.** Variation de  $K$  et  $U$  pour différents type de vieillissement du stratifié **F**.

Type de vieillissement	$U$ (J)	$K$ (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	$16 \pm 2$	$25 \pm 3$
<i>Naturel</i>	$18,5 \pm 3$	$29 \pm 4$
<i>UV</i>	$18 \pm 2$	$28,5 \pm 3$
<i>Gel</i>	$17 \pm 1$	$27 \pm 2$

La figure III.19 représente l'influence de la nature du vieillissement sur le stratifié hybride **G** verre/kevlar/époxy. Comme pour le stratifié **F**, le stratifié **G** montre à son tour un comportement comparable et les valeurs des énergies mesurées sur des éprouvettes vieilles sous différentes conditions sont nettement supérieure à celles des essais réalisés sur l'éprouvette témoin, cette constatation a été mise en évidence par Salehi-Khojin [56].

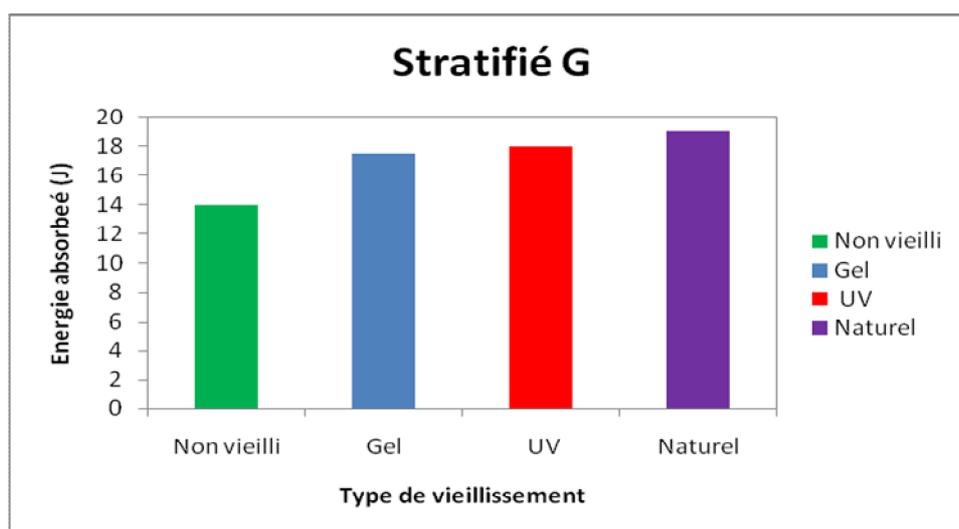


Figure III.19. Evolution de l'énergie absorbée en fonction du type de vieillissement du **Stratifié G**.

Le tableau III.12 représente les valeurs d'énergies  $U$  et des résiliences  $K$  obtenues pour le stratifié **G** vieilli sous différentes conditions.

**Tableau III.12** Variation de  $K$  et  $U$  pour différents type de vieillissement du stratifié **G**.

Type de vieillissement	$U$ (J)	$K$ (J/cm <sup>2</sup> )
<i>Non vieilli</i>	$14 \pm 3$	$22 \pm 4$
<i>Naturel</i>	$19 \pm 2$	$30 \pm 3$
<i>UV</i>	$18 \pm 1,5$	$29 \pm 2$
<i>Gel</i>	$17,5 \pm 2$	$28 \pm 3$

Les résultats des essais de choc et le comportement après des cycles de vieillissement sont contradictoires. Les résultats obtenus sur les stratifiés A, B, C et E sont très différents des stratifiés F et G. En comparant les résultats présentés on voit que pour les stratifiés F et G, une augmentation de l'énergie absorbée, alors que les essais de choc réalisés sur les stratifiés A, B, C, D et E montreraient une diminution de l'énergie absorbée.

Des observations macroscopiques nous ont permis de noter une rupture fragile pour les stratifiés ayant subi un vieillissement naturel et par gel et une rupture ductile pour le reste des éprouvettes vieilles et testées.

Ces observations nous ont permis de mieux connaître le comportement des différents stratifiés en fonction du type de vieillissement.

Cependant, chaque vieillissement semble réagir différemment.

### III.2.4 Caractérisation macroscopique et microscopique

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés essentiellement à l'étude de l'influence du type de vieillissement sur des stratifiés croisés soumis à des chargements de traction monotone et au choc. L'évolution des dégradations dans les stratifiés composites est un phénomène complexe qui résulte de différents modes d'endommagements souvent couplés, comme la fissuration matricielle, le délaminage entre les couches, la rupture des fibres, etc...(**Figure III.20**).

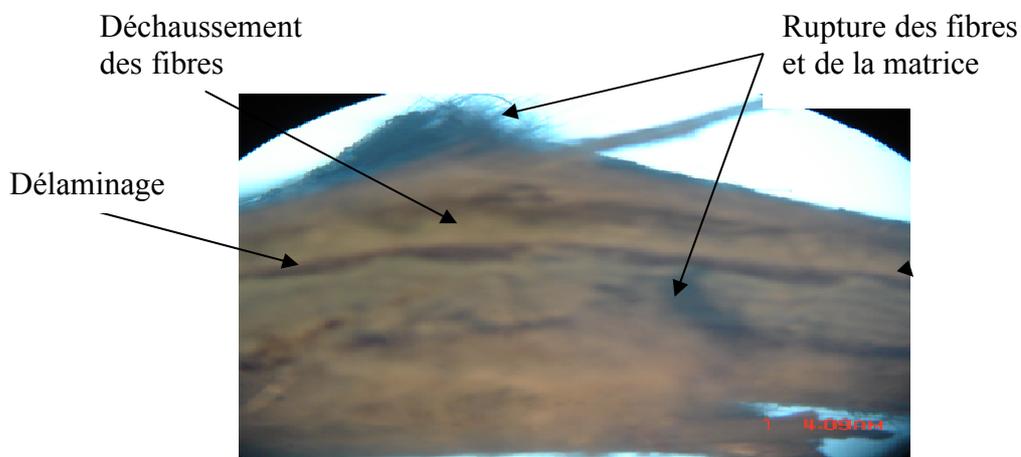


Figure III.20: Mécanismes de rupture après choc

Dans un stratifié à fibres longues, sous l'influence de sollicitations monotones ou cycliques, mécaniques ou thermiques, la « fissuration transverse » est en général le premier endommagement observé dans la matrice d'un pli le plus désorienté par rapport à l'axe de sollicitation [57]. Des fissures transverses peuvent apparaître très tôt dans la durée de vie de la structure et elles peuvent constituer des zones d'amorçage pour d'autres mécanismes d'endommagement plus dangereux.

Les modes de rupture dépendent de la stratification et de la direction du chargement par rapport à l'orientation des fibres. Les Figures ci-après montrent les allures des ruptures par traction et par choc respectivement. Des différences remarquables à l'échelle macroscopique peuvent être constatées selon différentes stratifications. Etant donné la diversité de la stratification et du chargement, des modes de rupture bien définis à l'échelle macroscopique ne peuvent pas, en général, être identifiés [57].

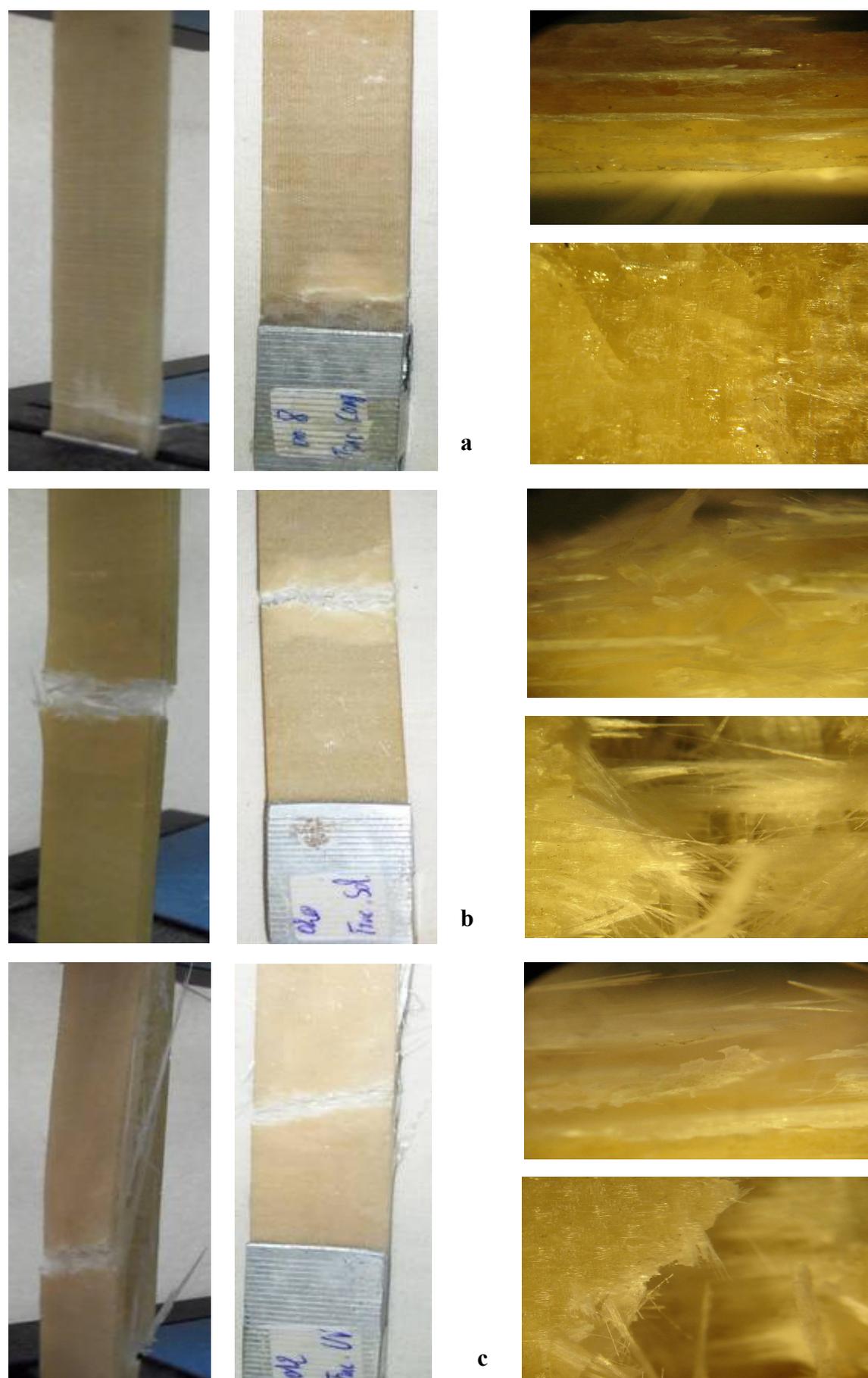
L'analyse à l'échelle macroscopique ne permet pas de distinguer les différents phénomènes et ne fournit donc pas une description satisfaisante de l'endommagement. Pour l'ensemble de ces raisons, nous avons engagé une étude sur les phénomènes de l'endommagement à l'échelle microscopique. L'objectif de cette étude était d'analyser l'endommagement en tant que phénomène physique plutôt que ses effets sur les propriétés du matériau.

Les observations des faciès de rupture au microscope optique des éprouvettes sollicitées en traction et au choc, visent à déterminer s'il y a une différence entre les modes de rupture des éprouvettes en fonction du conditionnement et de l'environnement d'essai. Toutes les éprouvettes des différentes stratifications sont observées.

#### **III.2.4.1 Modes d'endommagement et faciès de rupture obtenus après traction.**

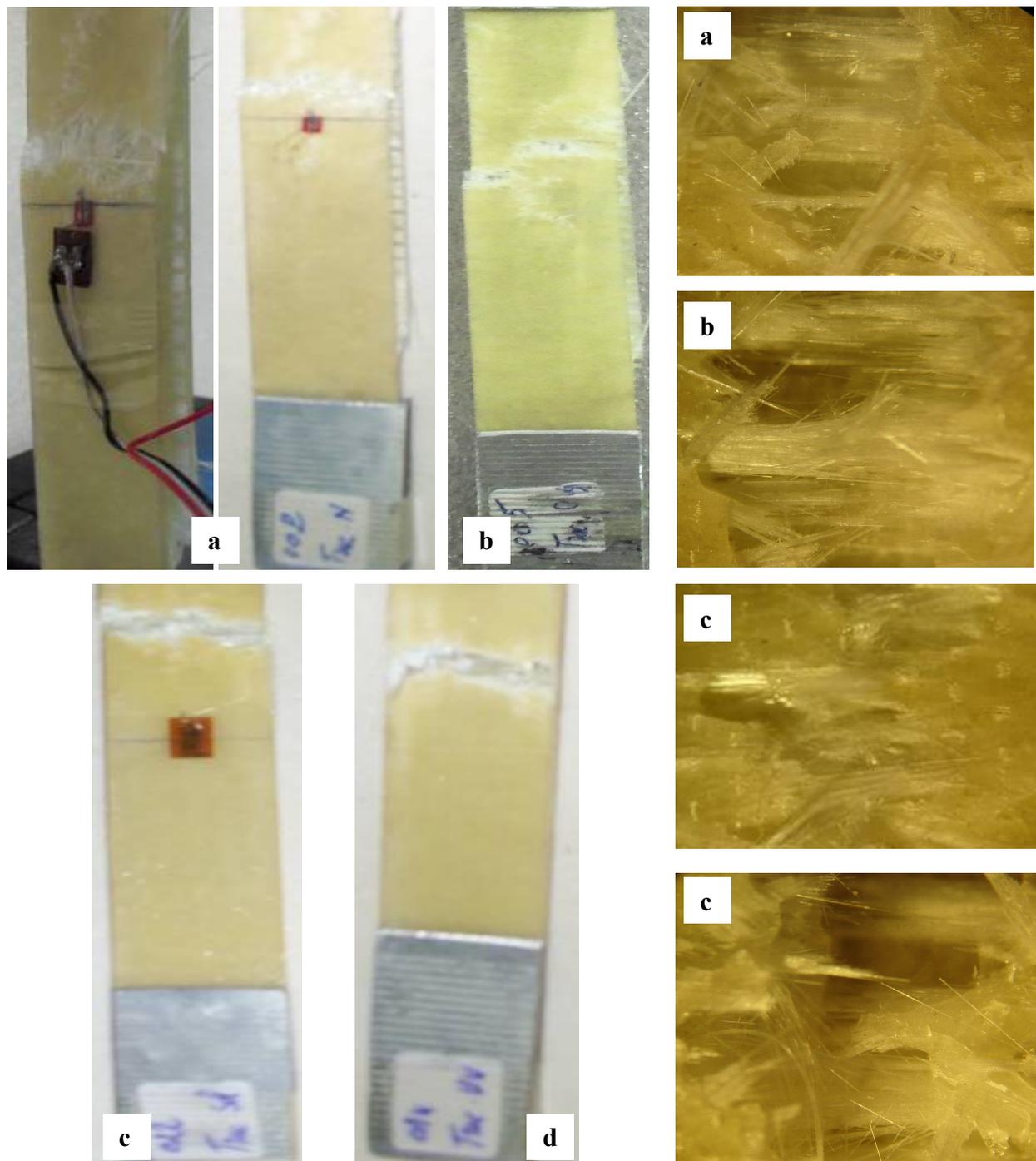
Pour la majorité des essais de traction réalisés, la rupture s'est produite de manière explosive. La figure III.21 montre des images représentatives des endommagements des éprouvettes du stratifié A. Le stratifié A est un stratifié multicouche verre/époxy comprenant un grand nombre d'interfaces, dont des interfaces hybrides entre deux plis à renfort différent ou à orientation différente. Les interfaces hybrides sont considérées comme particulièrement sensibles au délaminage [ISO 02]. Pour l'éprouvette gelée (figure III.21a), l'endommagement est initié au dessus du mors inférieur par des fissures dans la résine au niveau des filaments transversaux suivi d'un délaminage de la couche supérieure qui provoquait une rupture partielle de l'éprouvette. Ainsi pour les éprouvettes vieillies naturellement (figure III.21b) et sous UV (figure III.21c), l'endommagement est initié au milieu de l'éprouvette, le mode de rupture apparaît comme une rupture par cisaillement avec un faible angle suivi de plusieurs délaminages entre les plis.

L'observation au microscope optique des faciès de rupture du stratifié A, nous a permis de constater que le stratifié est endommagé par fissuration transverse et la rupture s'est faite essentiellement par délaminage entre les couches orientées à  $0^\circ$  et celles à  $90^\circ$  et les faciès de rupture sont différents d'une condition à l'autre.



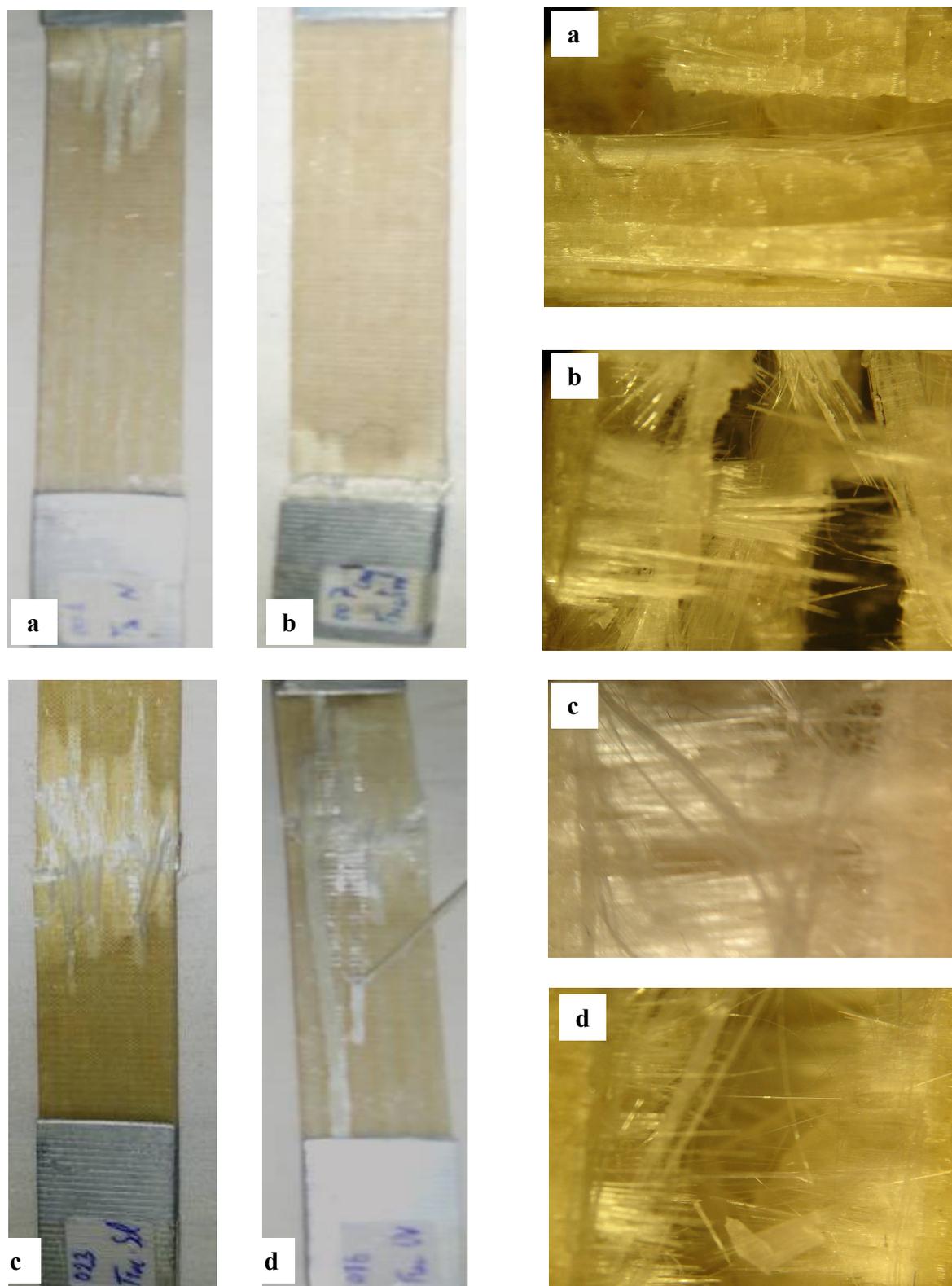
**Figure III.21.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du stratifié A: **a:** Vieillissement par gel, **b:** Vieillissement naturel et **c:** Vieillissement aux UV

La figure III. 22 montre l'évolution de l'endommagement du stratifié **B** en fonction du vieillissement. Il est constaté que les éprouvettes testées ont exhibé une variété de modes de rupture. De la déchirure aléatoire suivie d'un délaminage interpli pour le cas de l'éprouvette non vieillesse et l'éprouvette gelée et une rupture transverse pour le cas des éprouvettes vieillesse naturellement et sous UV. Les faciès de rupture montrent que les fibres déchaussées sont enrobées par la résine.



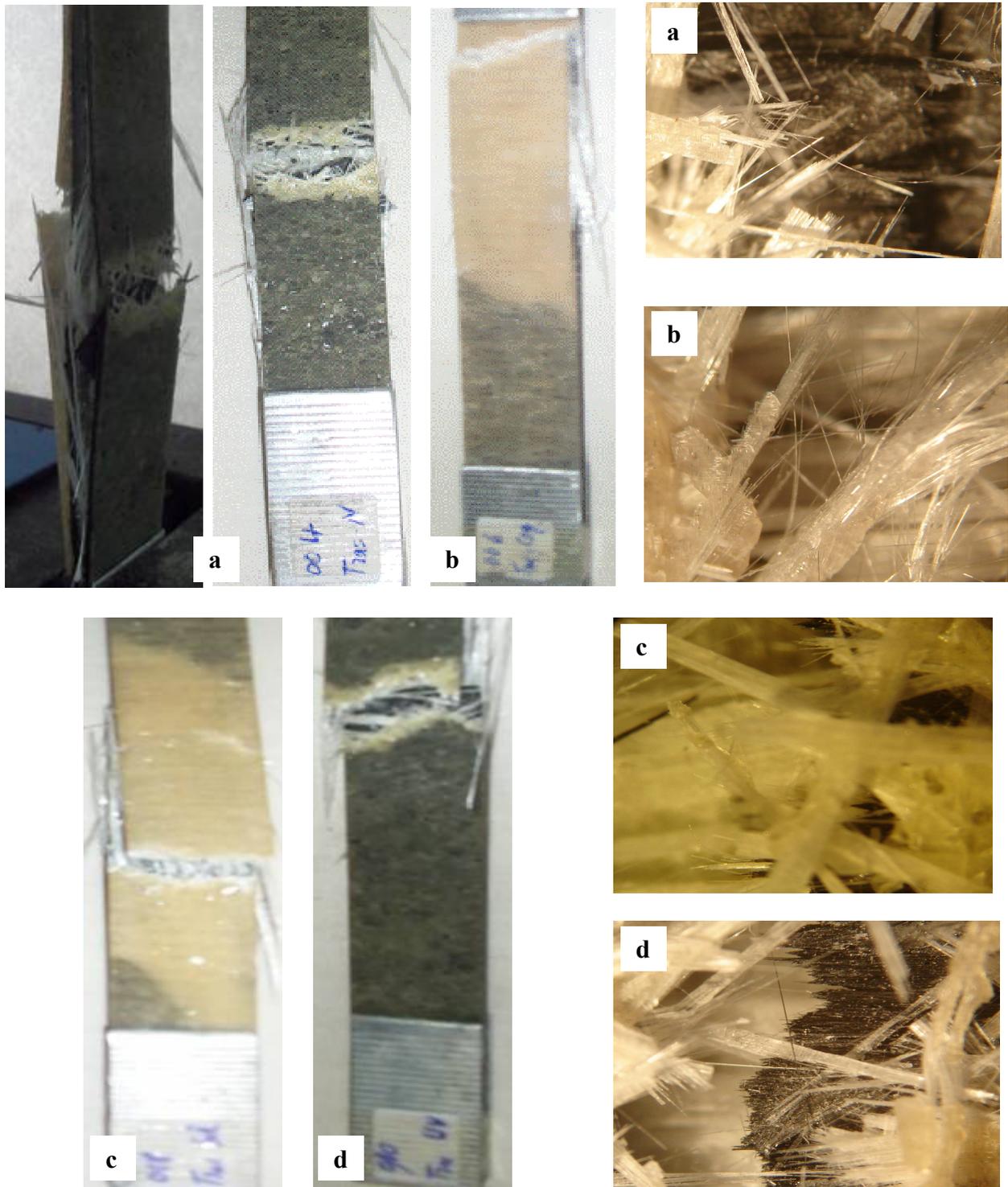
**Figure III.22.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du stratifié **B**:  
a: non vieillesse, b: Vieillesse par gel, c: Vieillesse naturelle et d: Vieillesse aux UV.

Dans le cas du stratifié C (**figure III.23**), le mode d'endommagement est caractérisé par la rupture des fibres  $0^\circ$  de la couche extérieure suivi d'un délaminage responsable de la rupture finale des éprouvettes.



**Figure III.23.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié C**:  
**a**: non vieillie, **b**: Vieillissement par gel, **c**: Vieillissement naturel et **d**: Vieillissement aux UV.

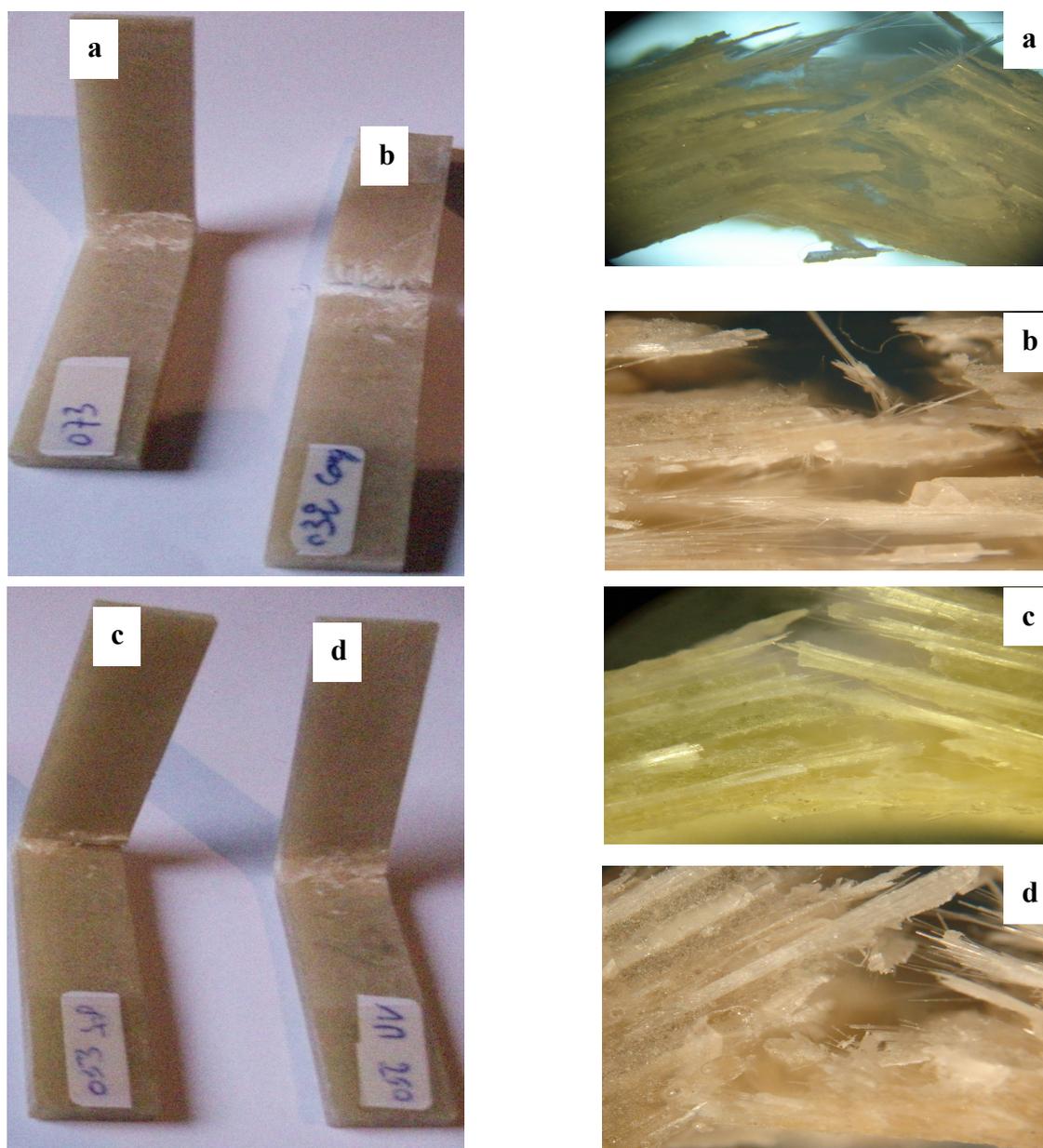
La figure III. 22 montre les modes d'endommagement du stratifié D verre/carbone en fonction du vieillissement. Pour toutes les éprouvettes testées, la rupture est initiée au niveau des filaments transversaux à qui provoquait une amorce latérale dans la couche extérieure suivie de plusieurs délaminages interplis avant l'explosion de l'éprouvette.



**Figure III.24.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié C**:  
 a: non vieillie, b: Vieillissement par gel, c: Vieillissement naturel et d: Vieillissement aux UV

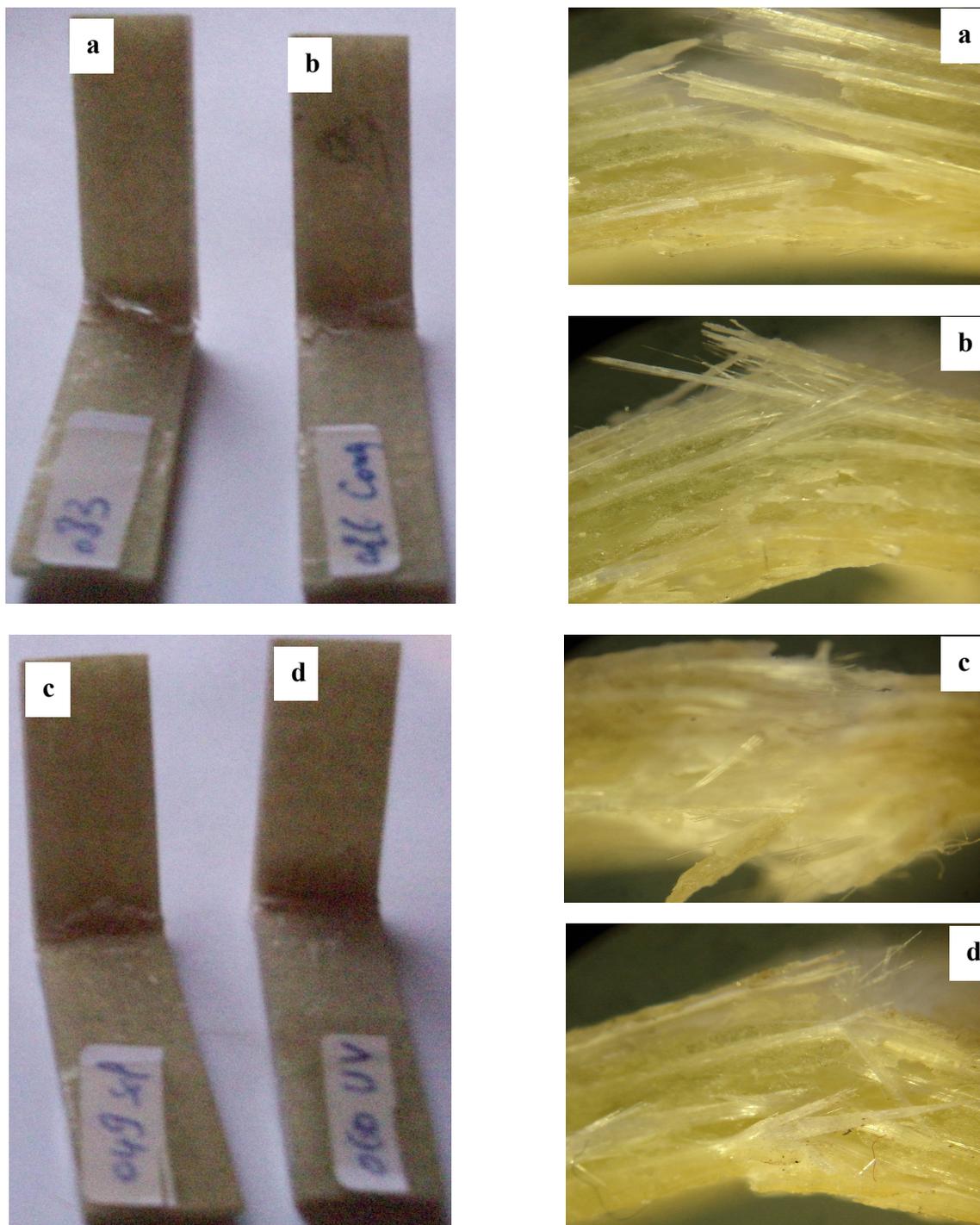
### III.2.4.2. Modes d'endommagement et faciès de rupture obtenus après choc

Dans de nombreuses situations notamment lors d'un impact, la fissuration matricielle et le délaminage sont des phénomènes fortement couplés [58]. La figure III.25 montre les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus par choc des éprouvettes du **stratifié A** sous différents conditionnements. Le stratifié A endommagé sous choc présente une rupture fragile pour le cas de l'éprouvette gelée et une rupture ductile pour les autres. L'observation au microscope optique des faciès de rupture, nous a permis de constater que les faciès de rupture obtenus présentent une rupture aléatoire et un déchaussement des fibres opposées au percuteur (couches extérieures) et des fissurations de la matrice suivie d'un délaminage entre les couches à  $0^\circ$  (couche intérieure) et à  $90^\circ$ .



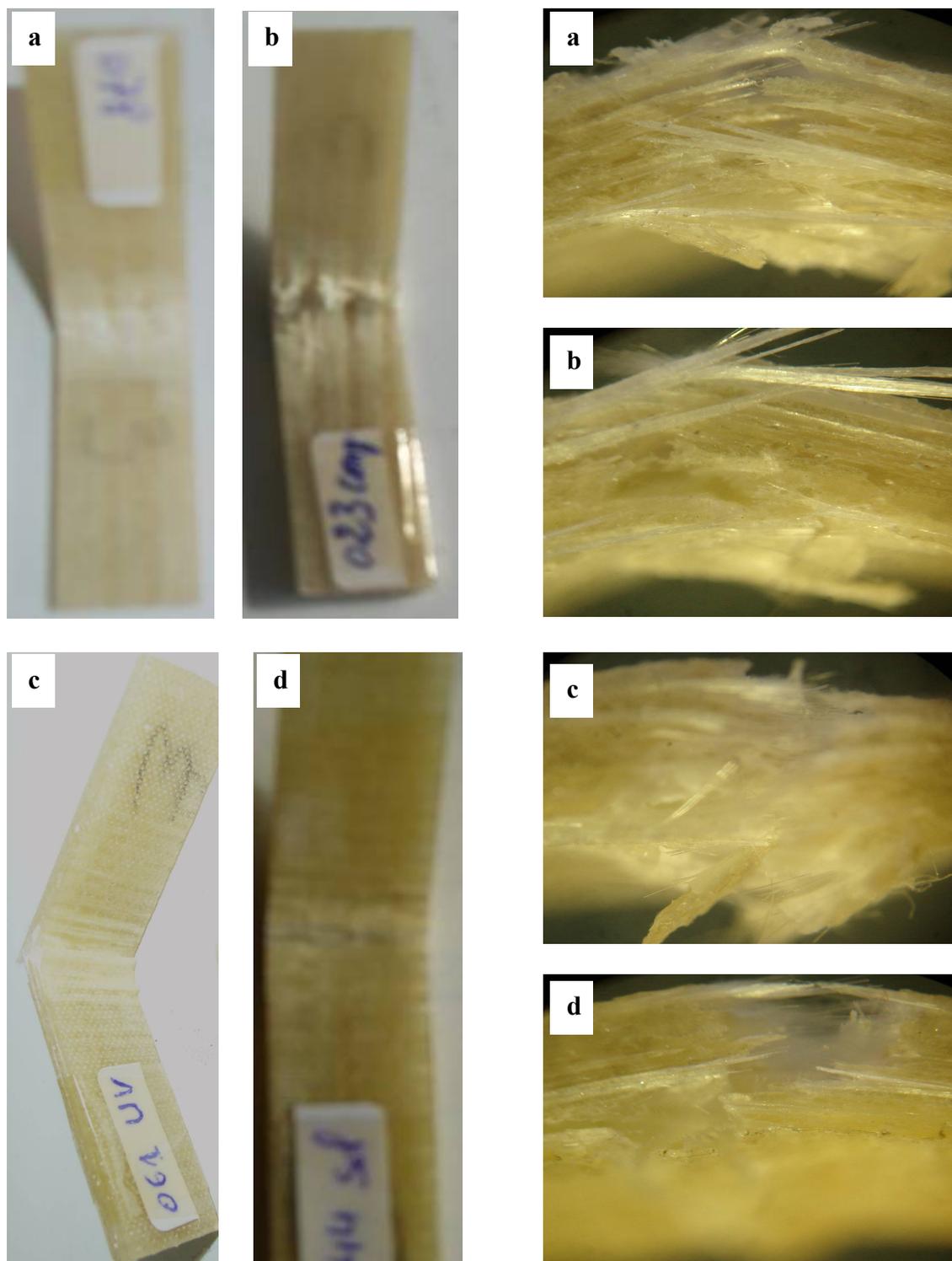
**Figure III.25.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié A**:  
a: non vieilli, b: Vieillissement par gel, c: Vieillissement naturel et d) Vieillissement aux UV

La figure III.26 montre les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus par choc des éprouvettes du **stratifié B** sous différents conditionnements. Le stratifié **B** endommagé sous choc présente une rupture ductile pour toutes les éprouvettes ayant subis différents vieillissements. Les mêmes observations sur les faciès de rupture ont été constatées et les fibres déchaussées sont enrrobées par la résine ce qui explique une bonne adhésion de l'interface pour ce stratifié.



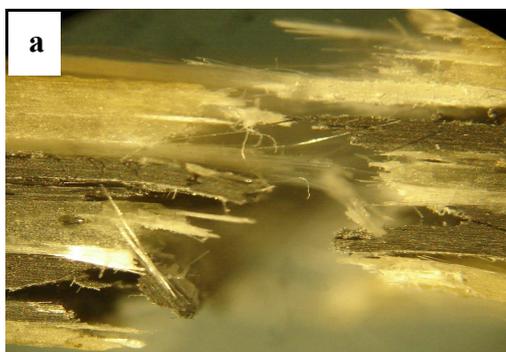
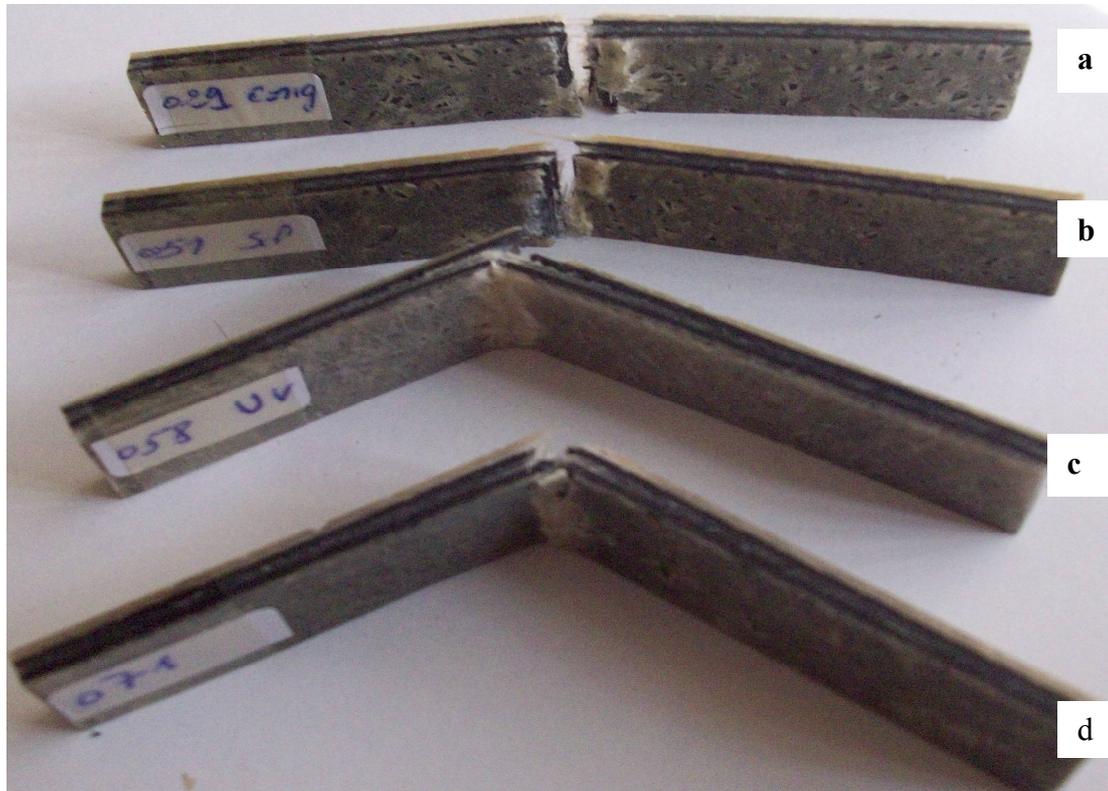
**Figure III.26.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié B**:  
a: Vieillessement par gel, b: Vieillessement naturel et c: Vieillessement aux UV

Les photographies de la figure III.27 montrent les modes d'endommagement et les faciès de rupture obtenus par choc des éprouvettes du **stratifié C** sous différentes conditions de vieillissements. Les différentes conditions ne montrent pas de différences marquées du mode de rupture et présentent une rupture ductile pour toutes les éprouvettes testées. Les faciès de rupture montrent que les fibres déchaussées sont enrobées par la résine.



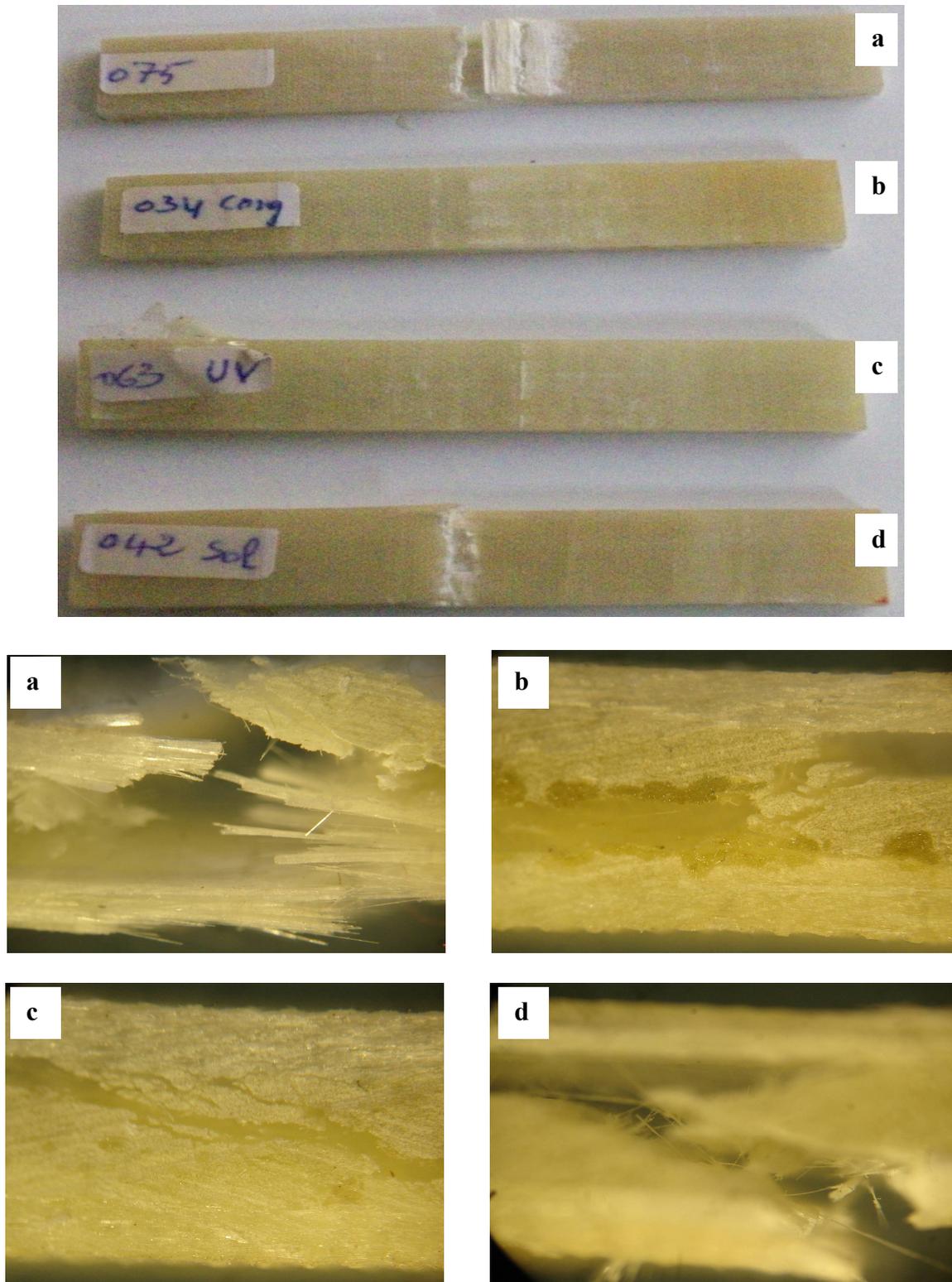
**Figure III.27.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié C**:  
**a:** non vieilli, **b:** Vieillissement par gel, **c:** Vieillissement naturel et **d:** Vieillissement aux UV

Les modes d'endommagement du stratifié **D** illustrés sur la figure III.28, montrent une rupture fragile pour les éprouvettes gelée et vieillie naturellement et une rupture ductile pour les autres. Les faciès de rupture ne montrent que très peu de résine attachée aux renforts et présentent plusieurs délaminages entre les différents renforts.



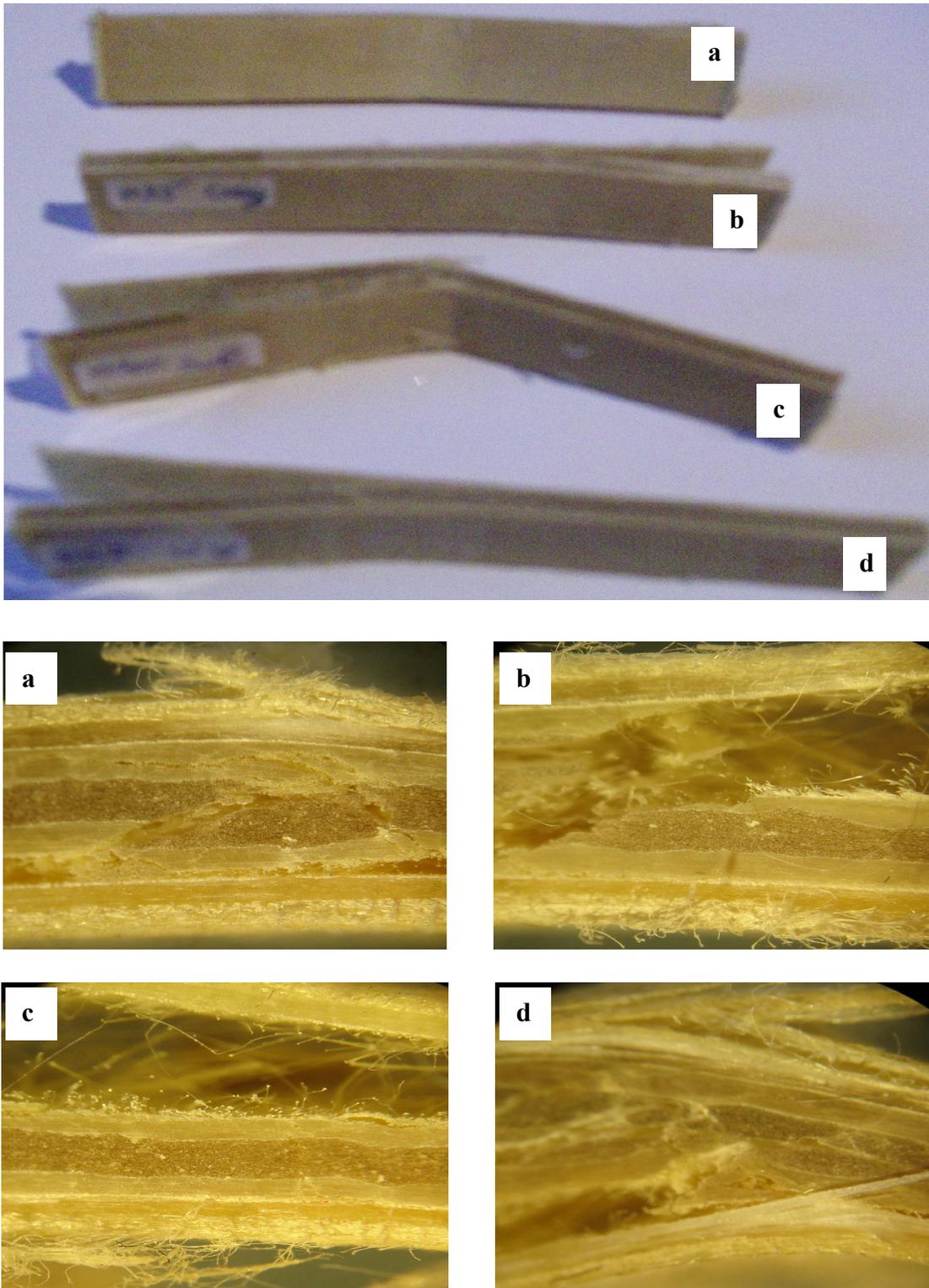
**Figure III.28.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du stratifié **D**:  
a: Vieillissement par gel, b: Vieillissement naturel, c: Vieillissement aux UV et d: non vieillie

Sur la figure III.29, les modes d'endommagement du stratifié E montrent une rupture fragile pour les éprouvettes non vieilli et vieilli naturellement et une rupture ductile pour les autres. Les faciès de rupture montrent que la rupture des éprouvettes non vieilli et vieilli naturellement sont rompues par un délaminage entre les couches.



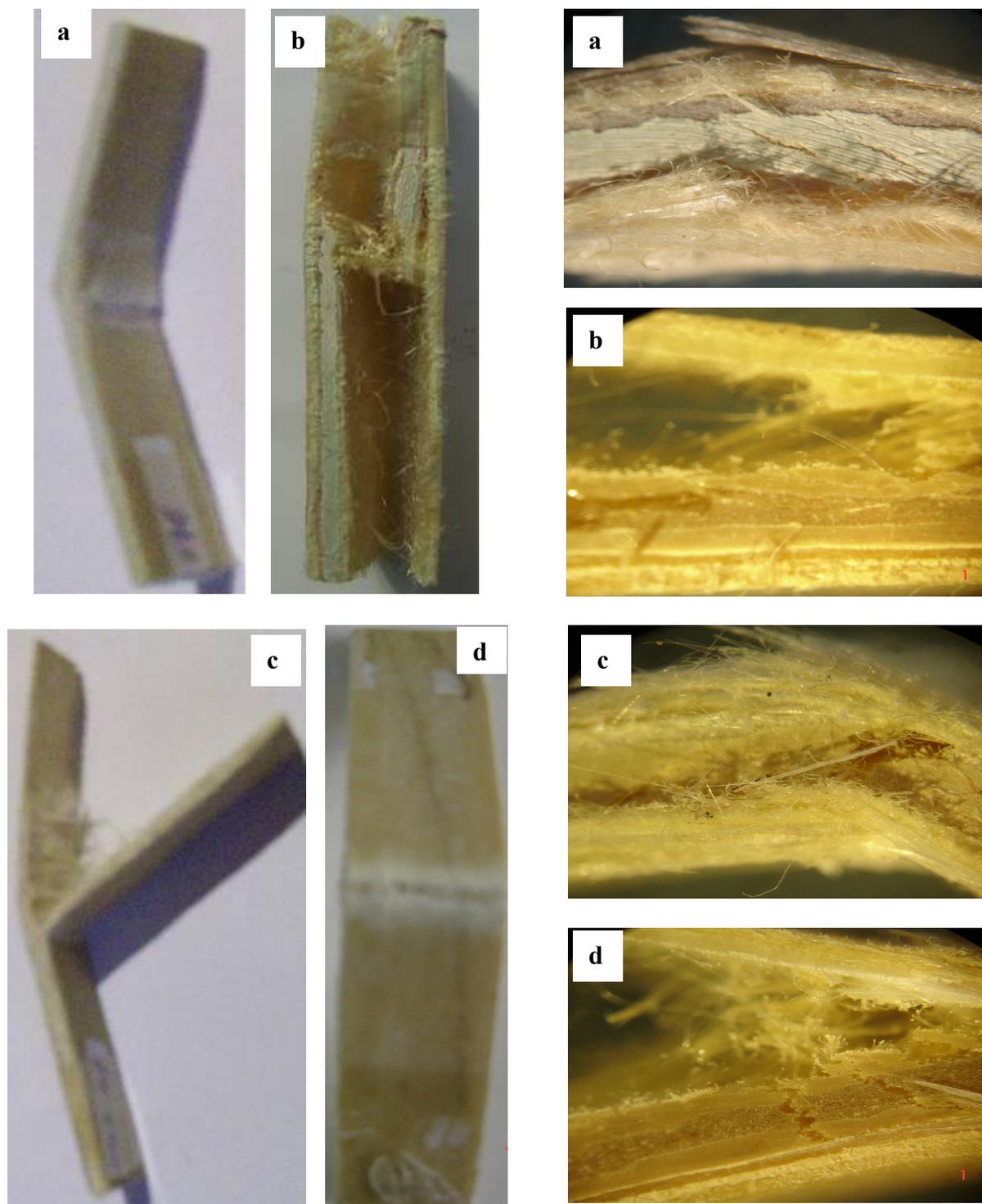
**Figure III.29.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du stratifié E:  
a: non vieilli, b: Vieilli par gel, c: Vieillissement naturel et d: Vieillissement aux UV.

Dans la figure III.30, les modes d'endommagement du stratifié F montrent une rupture partielle par délaminage de toutes les éprouvettes. Les micrographies de ce stratifié révèlent des faciès de rupture obtenus par séparation partielle des deux renforts pour toutes les éprouvettes en plus un déchaussement pour le cas de l'éprouvette vieillie naturellement.



**Figure III.30.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié F**:  
**a**: non vieilli, **b**: Vieillissement par gel, **c**: Vieillissement naturel et **d**: Vieillissement aux UV

Les modes de rupture des éprouvettes du stratifié G vieilles sous différentes conditions sont présentés dans la figure III.31. L'éprouvette gelée présente une rupture totale obtenue par un délaminage entre la couche de verre et celle du kevlar suivi d'une rupture transverse des fibres de kevlar et une rupture partielle par délaminage pour les autres éprouvettes. Les micrographies de ce stratifié révèlent des faciès de rupture totalement différents en fonction du type de vieillissement.



**Figure III.31.** Modes d'endommagement et faciès de rupture du **stratifié G**:  
**a**: non vieilli, **b**: Vieillissement par gel, **c**: Vieillissement naturel et **d**: Vieillissement aux UV.

### III.2.5 Discussions

Tous les composites se dégradent aux rayons UV. Au départ, toutes les éprouvettes stratifiées verre/époxy avaient des couleurs plutôt marron jaunâtre, comme le montre la figure III.1 en fonction du temps, ils deviennent jaunes brillant ce qui correspond à un accroissement de la blancheur au cours des cycles d'expositions aux rayons UV. Tout au long de l'exposition aux rayons UV, on observe les mêmes constatations pour le stratifié verre/kevlar/époxy notamment au niveau de la luminosité (figure III.3). On observe dans la figure III.2 que le stratifié verre/carbone/époxy subit de faibles pertes de couleur.

De manière générale, les composites stratifiés verre/époxy A, B et C vieillissent sous UV offrent des performances mécaniques supérieures, suivies de ceux vieillissant naturellement, ce qui est conforme aux résultats attendus en analogie avec les propriétés mécaniques [54].

Contrairement au stratifié verre/époxy, le stratifié hybride verre/carbone/époxy vieilli par gel offre une rigidité meilleure que ceux vieillissant à l'air libre.

L'essai de traction démontre ainsi une tendance des stratifiés sous UV à offrir de meilleures performances que les autres éprouvettes, telles que présentées dans les figures III.7 et 9. Les modules d'élasticité ont été déterminés dans la zone élastique de la courbe contrainte-déformation entre 46 et 88 MPa pour chacun des stratifiés. Les stratifiés **A** et **B** vieillissant sous UV ont des modules d'élasticité améliorés (86 GPa et 99 GPa) respectivement et contraintes de rupture ( $258 \pm 10$  MPa et  $255 \pm 10$  MPa) que les stratifiés vieillissant naturellement (**A**:  $E = 82$  GPa,  $\sigma = 245 \pm 25$  MPa et **B**:  $E = 96$  GPa,  $\sigma = 260 \pm 12$  MPa) et par gel (**A**:  $E = 83$  GPa,  $\sigma = 265 \pm 5$  MPa et **B**:  $E = 94$  GPa,  $\sigma = 247 \pm 8$  MPa). Par contre l'allongement à la rupture des stratifiés **A** et **B** est moins influencé sous UV par rapport à ceux vieillissant naturellement et gelés.

A partir des essais de choc réalisés sur différentes éprouvettes vieillissant sous différentes conditions, il en résulte donc une énergie de rupture nettement supérieure des stratifiés **B** et **C** sous UV ( $20 \pm 0,5$  J et  $21 \pm 1$  J), comparativement aux autres types de vieillissement (Gel:  $18 \pm 1$  J,  $18 \pm 1$  J et naturel:  $20 \pm 2$  J,  $20 \pm 1$  J).

La technique des UV pour le suivi du vieillissement des stratifiés et en particulier les stratifiés **A** et **B** s'est montrée très sensible dès les premiers temps d'irradiation.

Les observations au microscope nous ont permis de mieux connaître les modes d'endommagement des différentes stratifications suite au chargement par essai de traction et par choc en fonction du type de vieillissement.

Pour le cas de l'essai de traction et dans la majorité des essais réalisés, la rupture s'est produite de manière explosive. Les modes de rupture sont obtenus par fissuration transverse suivie d'un délaminage entre la couche orientée à  $0^\circ$  (couche extérieure) et celle orientée à  $90^\circ$ .

Pour le cas des essais de choc, les vieillissements en condition naturel (soleil) et accéléré des stratifiés D et F, ont montré une rupture fragile et les modes de rupture sont obtenus par un déchaussement des fibres opposées au percuteur (couches extérieures).

L'observation de la microstructure par microscopie révèle un endommagement diffus, sous forme de décohesion entre fibres et matrice ou de microfissures dans la matrice.

L'endommagement des stratifiés peut entraîner plusieurs phénomènes ayant une influence sur le comportement mécanique observé: non seulement la présence des fissures devrait réduire la raideur du matériau, mais aussi le frottement entre les surfaces créées par la fissuration est susceptible d'entraîner un effet visqueux. Il est donc probable qu'une superposition de plusieurs effets est à l'origine du comportement mécanique observé.

### III.3. Conclusion

Les résultats des tests de vieillissement artificiel doivent être interprétés avec prudence car les phénomènes observés lors du vieillissement naturel et ceux produisant dans des conditions artificielles ne sont pas toujours concordants. Par contre, les résultats des tests de vieillissement artificiel ne peuvent pas être utilisés pour connaître le comportement au vieillissement naturel.

Les essais réalisés sur des stratifiés nous ont permis de déterminer les caractéristiques mécaniques de ces matériaux et de comprendre leur endommagement en quasi statiques et au choc.

Les essais de traction statique montrent que les matériaux ont des comportements endommageables. Cependant, en environnement extérieur, plusieurs facteurs tels que les rayonnements ultra-violets (UV) et les variations saisonnières de température peuvent entraîner une dégradation chimique du stratifié et conduisent à sa fragilisation.

Les tests de vieillissement accéléré démontrent que tous les composites perdent de la couleur suite à une exposition prolongée aux rayons UV. Ces changements sont facilement perceptibles à l'œil nu et sont plus importants chez les stratifiés verre/époxy et verre/kevlar/époxy ayant subi un jaunissement lors du vieillissement.

Le vieillissement thermique serait marqué essentiellement par des coupures de chaînes de la résine époxy et qui aurait pour conséquence la diminution brutale de la masse molaire du stratifié [59].

En traction, on observe une augmentation de l'allongement à la rupture, du module d'élasticité et de la contrainte de rupture pour les stratifiés A et B après vieillissement. Dans le cas du vieillissement UV, les propriétés mécaniques seraient renforcées par les ramifications au cours des premiers instants d'exposition [54].

En résilience, ce sont les stratifiés C et D chargés des fibres de carbone et de kevlar qui résistent le mieux à l'impact. Dans le cas contraire, l'augmentation de la résistance mécanique entraîne une diminution de la résilience des stratifiés A, B, provoquant ainsi la fragilisation de ces stratifiés et par conséquent la diminution de l'énergie absorbée comme le montre les tableaux III. 5, 6 et 7.

Selon nos résultats, nous pouvons observer que l'énergie d'impact par rapport à l'éprouvette de référence a augmentée pour les stratifiés D et F (jusqu'à  $19 \pm 2$  J et  $16 \pm 12$  J) respectivement et diminuée pour ceux des stratifiés A, B, C et E, (jusqu'à  $18 \pm 3$  J,  $21 \pm 1,5$  J,  $22 \pm 1$  J et  $22 \pm 2$  J).

Pour le cas des stratifiés D et F, le vieillissement en condition naturel (soleil) et accéléré ont entraînés une augmentation de l'énergie absorbée (rigidité).

En conclusion, plus l'énergie est faible plus le vieillissement est important.

L'observation de la microstructure par microscopie révèle un endommagement diffus, sous forme de décohésion entre les fibres et la matrice ou de microfissures dans la matrice [60].

Pour le cas des stratifiés A et B les observations au microscope optique montrent que les fibres déchaussées sont encore enrobées de matrice, traduisant une bonne adhésion fibre/matrice.

Ces observations nous ont permis de mieux connaître les modes d'endommagement des différentes stratifications suite au chargement par essai de traction et par choc en fonction du type de vieillissement.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

Cette étude vise à comparer l'influence du type de vieillissement sur les propriétés mécaniques d'un stratifié croisé à matrice thermodurcissable (époxy). Elle s'intéresse notamment aux mécanismes de rupture de différents types de stratifiés soumis à différents modes de vieillissement (vieillissement naturel (soleil) à une température comprise entre 30 et 40°C, vieillissement par UV et par gel à une température d'environ -18°C). Afin de comprendre l'impact de la nature du stratifié et de son comportement en vieillissement sur les propriétés mécaniques et les mécanismes d'endommagement spécifiques mis en jeu, deux types d'essais ont été étudiés: traction et choc.

Pour chaque type de stratifié croisé à drapage orthotrope, l'analyse des résultats et l'observation des faciès de rupture nous ont permis de mettre en évidence plusieurs phénomènes.

Les stratifiés A et B sont caractérisés par une légère augmentation de leur rigidité et de leur résistance à rupture pour différents vieillissement. Ces matériaux présentent une bonne cohésion de l'interface fibres/matrice.

Les stratifiés C et D possèdent une rigidité plus élevée que les stratifié A et B à cause de leur forte adhésion à l'interface fibres/matrice. Par conséquent, les propriétés mécaniques de ces matériaux ne sont pas significativement altérées par l'augmentation de la température.

L'effet de la nature du vieillissement sur les propriétés mécaniques des stratifiés a été étudié. Le comportement des stratifiés face au vieillissement accéléré a été également étudié et les résultats de traction et de résilience obtenus sur différents stratifiés ont montré que ces stratifiés se comportent différemment.

L'observation par microscopie a révélé un endommagement diffus, sous forme de décohésion entre fibres et matrice ou de microfissures dans la matrice.

L'endommagement des stratifiés peut entraîner plusieurs phénomènes ayant une influence sur le comportement mécanique observé: non seulement la présence des fissures devrait réduire la raideur du matériau, mais aussi le frottement entre les surfaces créées par la fissuration est susceptible d'entraîner un effet visqueux. Il est donc probable qu'une superposition de plusieurs effets est à l'origine du comportement mécanique observé.

Enfin, nous pouvons conclure que pour telle ou telle utilisation il faut adapter tel ou tel stratifié.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] Matériau composite. *www. Wikipédia*, l'encyclopédie libre (Page consultée le 05 09 2011).
- [2] Nadia Behlouli, « Cours de matériau composite » *www-imfs.u-strasbg.fr* (Page consultée le 15 09 2011).
- [3] Louis Berreur, « L'industrie française du matériau composite » *Louis Berreur/Stanislas DiGITIP / SIM*. Rapport de synthèse, (Page consultée le 05 09 2011).
- [4] Renforcement des structures par matériaux composites. [www.ulaval.ca](http://www.ulaval.ca) (Page consultée le 15 09 2011)
- [5] J.-M. Berthelot, 2006. Matériaux composites. Comportement mécanique et analyse des structures. *4th edition. Tech & Doc, Paris.*
- [6] De Havilland DH.98 Mosquito.2007. In site de tous les avions militaires [En ligne]. <http://aviation-militaire.kazeo.com/?page=rubrique&idr=285108&pa=54>. (Page consultée le 23 09 2011).
- [7] Thévenet P., 2001. «PEA Survivabilité Crash Tigre, Lot N°2: Etude des critères de rupture applicables sur composites en dynamique rapide.», *Rapport d'avancement à 6 mois*, Centre Commun de Recherche d'EADS, Suresnes.
- [8] G. HUG, 2005. «Analyse du comportement de stratifiés carbone/époxy sous sollicitation rapide. Elaboration par électrothermie diélectrique d'un même matériau pour comparaison.», Thèse de doctorat, 'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Centre de Paris.
- [9] Hochard C., Charles J.-P., 2000. "Endommagement de composites stratifiés carbone/époxy constitués de plis tissés", *Comptes rendus des JNC12*, AMAC, pp.745-754.
- [10] Deletombe E., Delsart D., Johnson A.F., Kohlgrüber D., 1998. "Composite Helicopter Structural Crashworthiness". *Comptes rendus de Structures and Materials SM07*, 24th European Rotorcraft Forum, Marseilles.
- [11] P. Ladevèze, E. Le Dantec. 1992."Damage modelling of the elementary ply for laminated composites", *Composites Science and Technology*, 43, pp.257-267.
- [12] J. Aucher, B. Vieille, L. Taleb. Etude comparative de l'influence de la température sur le comportement de stratifiés tissés carbone à matrice thermodurcissable ou à matrice thermoplastique *19ème Congrès Français de Mécanique Marseille, 2009.*
- [13] B. Bonnet, 2005. «Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles.», Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris,
- [14] H. Nouri, 2009. «Modélisation et identification de lois de comportement avec endommagement en fatigue polycyclique de matériaux composite à matrice thermoplastique.», Thèse de doctorat, 'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, ParisTech, Centre de Metz.
- [15] Tadjine K., Baccouche M., Haddi A, Mathieu C. «Etude parallèle du comportement mécanique d'un composite stratifié par thermographie infrarouge et corrélation d'images des composites biomécaniques.», *IC-WNDT-MI'10 Oran, 2010.*

- [16] B. Hachemane, A. Mir, B. Bezzazi, «Elaboration et Caractérisation mécanique d'un matériau composite hybride.», *MATERIAUX 2006*, Dijon, France.
- [17] Laurent Guillaumat, Adrien Many, Pierre Jean. Etude de la tenue à l'impact sur matériaux composites dédiés au domaine ferroviaire, *Agence Essais Ferroviaire (A.E.F.)* France.
- [18] P.A.Paris, D. Genin, P. Hamelin, «Approche expérimentale du comportement d'une plaque composite sous effet d'un choc perforant.», *Actes de colloques n° 15*. communication n° 26. Paris 1992
- [19] O. Orfila, M. Perrin, J. Rousseau, O. Sicot, «Comportement à l'impact de plaques composites stratifiées isotropes.», *MATERIAUX 2006*, Dijon, France
- [20] H. Ghasemnejad, A.S.M. Furquan, P.J. Mason, 2010 Charpy impact damage behaviour of single and multi-delaminated hybrid composite beam structures. *Materials and Design 31 (2010) 3653–3660*
- [21] W. Hufenbach, F. Marques Ibrahim, 2009, “Charpy impact tests on composite structures - An experimental and numerical investigation”. Technische University Dresden, Germany.
- [22] M.S. Sohn, X.Z. Hu, 1996, “Impact and high strain rate delamination characteristics of carbon fibre epoxy composites”. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics 25 (1996) 17-29*
- [23] Carosena Meola, Giovanni M. Carlomagno. 2010, “Impact damage in GFRP: New insights with infrared thermography”. University of Naples Federico II, Via Claudio, 21, 80125 Naples, Italy.
- [24] Barré S., Chotard T., Benzeggah M.L., “Comparative study of strain rate effects on mechanical properties of glass fibre-reinforced thermoset matrix composites”, *Composites Part A, 27A, pp. 1169-1181, 1996*.
- [25] Cantwell W. J., Morton J., “The impact resistance of composite materials - a review”. *Composites, 22, p. 347-362, 1991*.
- [26] Sierakowski R.L., “Strain rate effects in composites”, *Applied mechanics reviews, 50, part1, pp. 741-761, 1997*.
- [27] Le Basser Y. 2002, “Lois de comportement de composites à matrice thermoplastique renforcée de fibres courtes”, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2002.
- [28] Ségard E., Benmedakhene S., Laksimi A., Daï D., “Damage analysis and the fibre-matrix effect in polypropylene reinforced by short glass fibres above glass transition temperature”, *Composite structures, 60, pp.67-72, 2003*.
- [29] Kawata K., Hashimoto S., Takeda N., “Mechanical behaviours in high velocity tension of composites”, in: *Progress in science and engineering of composites, ICCM IV*, Tokyo, ed. T. Hayashi et al., North holland, pp. 829-836, 1982.
- [30] Vaidya U.K., Bartus S., Pillay S., Janowski G.M., “Impact behavior of long fiber thermoplastic (LFT) composites”, in: *ICCM 14, 14-18 juillet 2003*, San Diego, 6 p., 2003.
- [31] Verdu J. 1990, Plastiques, vieillissement physique, Techniques de l'ingénieur, 1990, A3150.
- [32] Sullivan J.L. “Creep and physical aging of composites.”, *Comp. Sci. & Techn., 39, 1990, p. 207-232*.

- [33] A. Salehi-Khojin, M. Mahinfalah. 2005, "Temperature effects on Kevlar/hybrid and carbon fiber composite sandwiches under impact loading.", University, Tehran 4413-15875, Iran.
- [34] M. Benantar, M.A. Belouchrani, Y. Saadouni, M. Mekadem, "Application de la thermographie pour l'évaluation des effets de la pre-degradation thermique du composite carbone/epoxy.» *Conférence Internationale sur le Soudage, le CND et l'Industrie des Métaux, IC-WNDT-MI'10 Oran, 27 - 28 novembre 2010*
- [35] Achwal W. B. "Use of UV absorbers for minimizing photo degradation of disperse dyes as well as polyester fiber.", *Colourage*, 1994, June, pp. 21-22.
- [36] Payan, J. 2004. «Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue. » Thèse: Mécanique. Marseille : Université de la Méditerranée Aix-Marseille II, 2004, 139 p.
- [37] Friedrich, K. «Fractographic analysis of polymer composites.» Dans: *Application of fracture mechanics to composite materials*. Ed. par K. FRIEDRICH. Amsterdam, Pays-Bas: Elsevier Science Publishers B.V., 1989, p. 425-487. ISBN 0444872868 (vol.6).
- [38] Masters, J.E. « Basic failure modes of continuous fiber composites.» Dans: *Engineered materials handbook - Volume 1: Composites*. Ohio, USA: ASM International, 1993, p. 781-785. ISBN 0871702797 (v.1).
- [39] Pipes, R.B. & Pagano, N.J.« Interlaminar stresses in composite laminates under uniform axial extension.» *Journal of composite materials*, 1970, vol. 4, p. 538-548.
- [40] Jones, R. M. «Mechanics of composite materials.» *Washington D.C., USA:Scripta Book Company*, 1975, 355 p. ISBN 0070327904.
- [41] Kim, R. Y. «Fatigue strength.» Dans: *Engineered materials handbook - Volume 1: Composites*. Ohio, USA: ASM International, 1993, p. 436-444. ISBN 0871702797 (v.1).
- [42] Horton, R.E. & Mccarty, J.E.«Damage tolerance of composites.» Dans: *Engineered materials handbook - Volume 1: Composites*. Ohio, USA: ASM International, 1993, p. 259-267. ISBN 0871702797 (v.1).
- [43] Schulte, K. & Stinchcomb, W.W. «Damage mechanisms – including edge effects - in carbon fibre-reinforced composite materials.» Dans: *Application of fracture mechanics to composite materials*. Ed. par K. FRIEDRICH. Amsterdam, Pays-Bas: Elsevier Science Publishers B.V., 1989, p. 273-325. ISBN 0444872868 (vol. 6).
- [44] Williams, J.G. «Fracture mechanics of anisotropic materials.» Dans: *Application of fracture mechanics to composite materials*. Ed. par K. FRIEDRICH. Amsterdam, Pays-Bas: Elsevier Science Publishers B.V., 1989, p. 3-38. ISBN 0444872868 (vol. 6).
- [45] Wilkins, D.J. «A preliminary damage tolerance methodology for composite structures.» Proceedings of the workshop on failure analysis and mechanisms of failure of fibrous composite structures. Maryland, USA: *NASA Center for Aerospace Information*, 1983, N° NASA-CP-2278, p. 67-93.
- [46] Mccarty, J.E. «Commercial transport aircraft composite structures.» Proceedings of the workshop on failure analysis and mechanisms of failure of fibrous composite structures. Maryland, USA : *NASA Center for Aerospace Information*, 1983, N° NASA-CP-2278, p. 7-66.

- [47] Bezazi. A. «Etude theorique et expérimentale du comportement mécanique en statique et en fatigue des matériaux composites stratifiés et sandwiches en flexion 3-points.» Thèse de Doctorat : Université Badji Mokhtar –Annaba, 2003, 193p.
- [48] Clermont F. «Méthodes d'essai de la durabilité des matériaux polymères pour la construction automobile.», *Journée d'étude du CNEP*, 2004.
- [49] «Le vieillissement des polymères ». Laboratoire d'essais et d'évaluation en environnement, *Centre d'animation régional en matériaux avancés (carma)*, Décembre 2003.
- [50] J. Gutierrez, F. LE LAY. P. Iloarau."Etude du vieillissement de composites verre résine en milieu marin ". La construction navale en composites. *IFREMER, Actes de colloques n°15, communication n° 33*, Paris, décembre 1992. pp 346-354.
- [51] Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced Thermosetting Plastics Using Straight-Sided Specimens, *ASTM, D 5083 – 02*.
- [52] Charpy M.G, « Note sur l'essai des métaux à la flexion par choc de barreaux entaillés» Association Internationale pour l'essai des matériaux, *Congrès de Budapest* (1901).
- [53] Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics, *ASTM, D 6110 – 04*.
- [54] Cormier, Laurent effets du froid, de l'humidité et des cycles de gel et dégel sur les propriétés mécaniques des composites verre/époxy utilisés pour la fabrication de pales d'éoliennes. Thèse: Université du Québec, Montréal, 2009, 181p.
- [55] José Martín herrera ramirez, «Les mécanismes de fatigue dans les fibres thermoplastiques. » Thèse de doctorat 2004.
- [56] Amin Salehi-Khojin, Reza Bashirzadeh, Mohammad Mahinfalah, Reza Nakhaei-Jazar. «The role of temperature on impact properties of Kevlar/fiberglass composite laminates.» *Composites: Part B 37 (2006) 593–602*
- [57] Smith, B.W. « Fractography for continuous fiber composites.» Dans: *Engineered materials handbook - Volume 1: Composites. Ohio, USA: ASM International, 1993, p. 786-793. ISBN 0871702797 (v.1)*.
- [58] Collombet F, Lalbin X, Lataillade JL. «Damage prediction of laminated composites under heavy mass-low velocity impact.» *Key Engineering Materials 1998; 141 (143): 743-776*.
- [59] Joël Soucy, «Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion. », Thèse de doctorat 2007.
- [60] Marie-Pierre Foulc, et al. «Caractérisation du vieillissement hygrothermique de matériaux composites PET/fibres de verre par photomécanique.»