

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERRI DE TIZI OUZOU
FACULTE DE GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Mémoire De Fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de master en génie mécanique
Option : Construction mécanique

Thème

*Etude de vieillissement d'un
composite verre/polypropylène*

Proposé et Dirigé par :

M^f Djebbar .A

Réalisée par :

M^{elle} Azzi Dhaouia

Promotion 2011/2012

Remerciement

Je remercie tous ceux qui m'ont aidé à réaliser ce projet, mes encadreurs monsieur DJBBAR Arezki et mademoiselle MANSOURI Laïla, ma famille et les étudiants de la section génie mécanique, option construction mécanique.



Dédicace

Je dédie ce modeste travail
à mes parents,
mon frère et mes sœurs,
et à tout mes amis.

Liste des figures

Figure I.1 : Constituants d'un matériau composite.....	2
Figure I.2 : Les différents types de renfort.	3
Figure I.3 : Formes de mats	6
Figure I.4 : Principales forme de tissus	6
Figure I.5 : Tresse.....	6
Figure I.6 : tissu multiaxiale.....	6
Figure I.7 : Différentes familles de matrice.	7
Figure I.8 : Différents types de charges.....	10
Figure I.9 : Stratifié à mat de verre.....	12
Figure I.10 : La forme d'un matériau sandwich.....	12
Figure II.1 : Polymérisation de polypropylène.....	15
Figure II.2 : Polypropylène isostatique.....	15
Figure II.3 : Polypropylène atactique.....	16
Figure II.4 : Polypropylène syndiotactique.....	16
Figure II.5 : Lamelles cristallines et zones amorphes.....	17
Figure II.6 : Copolymères statique.....	18
Figure II.7 : Copolymère a bloc	18
Figure II.8 : Schéma d'une extrudeuse double vis avec alimentation fil coupé en matièr.....	22
Figure II.9 : Ligne industrielle complète compoundage SFT.....	23
Figure II.10 : Moulage par injection de GLFT (ligne Krauss-Maffei).....	26
Figure III.1 : Diffusion dans une plaque mince	29
Figure III.2 : Courbe d'absorption fickienne.....	30
Figure III.3 : Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites en fonction du degré d'humidité HR%	32
Figure III.4 : Lois d'Arrhénius des coefficients de diffusion de résine époxy vieilli en immersion ou en milieu humide à différents températures	33
Figure III.5 : Allure des courbes d'absorption d'eau contenant un excès de groupement époxy	35
Figure III.6 : Courbes schématiques de quatre catégories de cinétique d'absorption d'eau non fickienne.....	36

Figure III.7 : Théorie volume libre.....	37
Figure III.8 : Théorie moléculaire.....	37
Figure III.9 : Effet de plastification dans une macromolécule.....	39
Figure III.10 : Schématisation de la pénétration d'un solvant dans un polymère.....	40
Figure III.11 : Phénomène d'osmose dans un CMO polyester insaturé.....	41
Figure III.12 : Modèle de formation de l'interphase pour un composite verre traité silane/polymère.....	44
Figure IV.1 : Principe de l'essai de traction.....	46
Figure IV.2 : Essai de flexion trois points, EN ISO 14125	47
Figure IV.3 : Diagramme des moments fléchissant et des efforts tranchants.....	48
Figure IV.5 : Champs des contraintes en flexion trois points.....	49
Figure IV.6 : Essai de flexion quatre points, EN ISO 14125.....	50
Figure IV.7 : Essai de torsion.....	52
Figure IV.8 : Eprouvette de traction à $\pm 45^\circ$, EN ISO 14 129.....	52
Figure IV.9 : Mouton Charpy.....	52
Figure IV.10 : Image d'un duromètre Barcol.....	53
Figure V.1 : Observation de la disposition des fibres	58
Figure V.2 : Mesure de longueur des fibres.....	59
Figure V.3 : géométrie de l'éprouvette.	60
Figure V.4 : cinétique d'absorption du composite polypropylène/verre en immersion dans l'eau de mer à 40°C	61
Figure V.5 : dispositif assurant l'essai de flexion.....	63
Figure V.6 : géométrie de l'essai de flexion.....	64
Figure V.7 : courbe force/flèche pour un essai de flexion	64
Figure V.8 : évolution des propriétés en flexion pour des éprouvettes non vieilles.....	65
Figure V.9 : évolution des propriétés en flexion pour les éprouvettes vieilles.....	65
Figure V.10 : comparaison entre les propriétés du matériau vieilli et non vieilli.....	66

Liste des tableaux

Tableau I.3 : synthèse des procédés de transformation des matériaux composites.....	4
Tableau 1.2 : Performances comparées des différents types d'architectures	7
Tableau I.1 : Composition du verre E	14
Tableau II.1 : influence des paramètres structuraux sur les principales propriétés des polypropylènes.....	19
Tableau II.2 : caractéristiques de différents polypropylènes.....	20
Tableau V.1 : résultats de l'essai de calcination.....	58
Tableau V.1 : La longueur moyenne des fibres.....	59
Tableau V.2 : paramètres de la courbe d'absorption.....	62
Tableau V.4 : Résultats des essais de flexion.....	66

Liste des symboles

D : Coefficient de diffusion de milieu en mm^2/s .

Φ : Concentration de solvant au sein du milieu en mol.m^{-3} .

C : Flux de matière.

x : Distance à partir du plan central de la plaque, suivant l'épaisseur en mm.

t : Durée du vieillissement en s.

h : Epaisseur de la plaque (échantillon) en mm.

C_0 : Concentration initiale du solvant (homogène) à l'intérieur de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon sec au départ, C_0 est nulle.

C_1 : Concentration du solvant à la surface d'une plaque.

C : Concentration du solvant à l'intérieur d'une plaque

Mt : La masse totale d'eau dans le matériau à un instant t en g.

Ms ou M_∞ : La masse d'eau absorbée après un temps infini en g.

l : Longueur d'un échantillon.

β : Facteur correctif de coefficient de diffusion.

D_{reel} : Coefficient de diffusion calculé en mm^2/s .

D_{abs} : Coefficient de diffusion calculé en mm^2/s .

HR : L'hygrométrie relative (%).

a : Une constante dépendante de la nature du polymère et de la température.

b : Un exposant généralement voisin de 1 pour les composites (sauf complication liée à une démixtion), et varie entre 1, 3 et 1,8 pour les résines.

Ea : Energie d'activation souvent de l'ordre de 30 à 60 Kj. Mol^{-1} .

Do : Constante (indice perméabilité).

T : Température d'essai (K).

R : Constante des gaz ($r = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$).

n : Nombre de molécules libres de diffusivité D dans la matrice.

N : Nombre de molécules liées de diffusivité D dans la matrice.

p : Pente de la courbe de diffusion.

F : Force appliquée.

R_1 et R_2 : forces de réactions.

Q : L'effort tranchant.

M_f : Moment fléchissant.

W_f : Energie de déformation.

M_{fMax} : Moment fléchissant maximum.

I : Moment d'inertie d'une poutre .

E : Module de Young d'une poutre.

G : Module de cisaillement.

S : Surface de la section droite.

b : Largeur d'une poutre.

L : Longueur entre appuis d'une poutre en flexion.

Y : La flèche d'une poutre.

Y_{max} : La flèche maximale au milieu d'une poutre.

σ_f : Contrainte normale de flexion.

σ_{fmax} : Contrainte normale de flexion maximale.

\mathcal{E} : Déformation d'une poutre.

\mathcal{E}_{max} : Déformation totale d'une poutre

τ : Contrainte tangentielle.

τ_{max} : Contrainte tangentielle maximale.

S_z : **moment statique.**

W_{min} : Energie de déformation minimale.

E_{app} : Module de Young apparent.

$W(\%)$: Prise en masse d'eau par l'échantillon en pourcentage.

σ_e : la limite élastique.

σ_r : La résistance à la traction.

ϵ_e : Déformation élastique.

ϵ_r : Déformation à la rupture.

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
CHAPITRE I : Généralités sur les matériaux composites	
I.1. Définition.....	2
I.2. Présentation des constituants	2
I.2.1.Le renfort.....	2
I.2.1.1. Nature du renfort.....	3
I.2.1.2. Forme du renfort.....	5
I.2.1.2.1.Forme linéique.....	5
I.2.1.2.2. Forme surfacique.....	5
I.2.1.2.3. Forme multidirectionnelle.....	6
I.2.2. La matrice.....	7
I.3.2.1. Les matrices thermoplastiques.....	8
I.3.2.2. Les matrices thermodurcissables	9
I.2.3. L'interface.....	9
I.2.4. Les charges.....	10
I.3. Catégorie des composites.....	11
I.4. Classifications des composites.....	11
I.5. Architecture des matériaux composites	12
I.5.1. Les stratifiés	12
I.5.2. Matériaux sandwich	12
I.6. Mise en œuvre des matériaux composites à matrice organique	13
Conclusion.....	14
CHAPITRE II : Le polypropylène	
Introduction.....	15
II.1.Description :.....	15
II.2.Structure de polypropylène.....	16
II.2.1.La structure semi cristalline.....	16
II.2.2.Structure amorphe.....	17
II.3.Types de matériaux produits par le polypropylène	17
II.3.1.Les homopolymères	17
II.3.2.Copolymère.....	18
II.3.3.Compound à base de polypropylène.....	18
II.4.Propriété du polypropylène	19
II.5.Spécificité du polypropylène.....	21
II.6.Domaines d'utilisation.....	21
II.7.Mise en œuvre des thermoplastiques.....	21
II.7.1.Mise en œuvre des thermoplastiques à fibres courtes	22
II.7.1.1Fabrication du compound	22
II.7.1.2.Mise en œuvre des granulés thermoplastique à fibre courtes (SFT).....	23
II.7.1.3.Avantage et inconvénient de la méthode	24
II.7.1.4.Conséquences de la présence de fibres de verre courtes dans une résine thermoplastique.....	24
II.7.2.Mise en œuvre des thermoplastiques renforcés par des fibres longues (GLFT).....	24

II.7.2.1.Fabrication des compounds.....	24
II.7.2.2.Mise en œuvre des compounds à fibres longues.....	24
II.7.2.3.Conséquences de la présence des fibres longues dans une résine thermoplastiques.....	26
Conclusion.....	27

CHAPITRE III : vieillissement hygrothermique des polymères et des matériaux composites

Introduction.....	27
II.1.Processus de diffusion.....	27
II.1.1.Diffusion Fickienne.....	27
II.1.2.Influence des conditions d'exposition d'eau.....	32
II.1.2.1.Influence du taux d'humidité sur la concentration d'eau.....	32
II.1.2.2.Influence du taux d'humidité sur le coefficient de diffusion.....	33
II.1.2.3.Influence de la température sur le coefficient de diffusion.....	33
II.1.2.4. Influence de la température sur la concentration en eau.....	34
II.1.3. Influence de la présence du renfort sur la diffusion.....	34
II.1.4.Mécanisme de diffusion de Langmuir	34
II.1.5.Diffusion non Fickienne	35
II.2.Hydrophilie - absorption d'eau.....	37
II.3.Mécanisme de vieillissement	38
II.3.1. vieillissement physique	38
II.3.1.1. La plastification	39
II.3.1.2. Le gonflement	39
II.3.2. Vieillissement chimique	40
II.4.Site de dégradation du composite.....	42
II.4.1. La matrice.....	42
II.4.2. Les fibres	43
II.4.3.L'interface	43
II.4.4. L'interphase	43
Conclusion	4

CHAPITRE IV : méthode de caractérisation d'un matériau composite

IV.1.Méthodes d'analyse physique de la structure de composite.....	45
IV.1.1.Détermination du taux de renfort.....	45
IV.1.2.Taux de porosité (taux du vide).....	45
IV.2.Essai mécaniques.....	46
IV.2.1.L'essai de traction.....	46
IV.2.2.L'essai de flexion.....	46
IV.2.2.1.Essai de flexion trois points.....	46
IV.2.2.2.Essai de flexion quatre points.....	51
IV.2.3.Essai de cisaillement.....	51
IV.2.3.1.Délaminage en flexion trois points.....	51
IV.2.3.2.Essai de torsion tube.....	52

IV.2. 3.3.Essai de traction à $\pm 45^\circ$	52
IV.2.4.Essai de résilience.....	53
IV.2.4.1.Essai Charpy.....	53
IV.2.4.2.Essai de choc biaxiale	54
IV.2.5.Essai de dureté.....	54
IV.3. Vieillissement accéléré.....	55
IV.3. 1. Intérêt du vieillissement accéléré.....	55
IV.3. 3.Les méthodes d'essais pour réaliser le vieillissement accéléré	55
IV.3.4.Suivi gravimétrique.....	56
Conclusion.....	56

Chapitre V : Partie expérimentale

V.1.Présentation de matériau.....	57
V.1.1.Constitution	57
V.1.2.Essai de perte au feu (ou calcination).....	57
V.1.4.Répartition des fibres.....	58
V.1. 3.La longueur des fibres.....	59
V.2.Géométrie des éprouvettes.....	60
V.3.Prélèvement des éprouvettes.....	60
V.5.Essai de vieillissement par absorption d'eau	60
V.6.Essais de flexion trois points.....	62
Conclusion.....	67
Conclusion générale.....	68

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux composites sont devenus indispensables pour la construction dans plusieurs domaines comme l'aérospatiale, la construction navale, l'automobile, etc. Ces matériaux, comme leur nom l'indique, ils sont composés de plusieurs constituants qui se présentent principalement en deux phases : la matrice et le renfort. Par ailleurs, les matériaux composites, peuvent être choisis et utilisés en fonction d'impératifs techniques et économiques à satisfaire en agissant principalement sur la nature, la proportion, et la composition des constituants, et également sur le mode d'élaboration.

L'étude du comportement des matériaux composites vis-à-vis de l'environnement et la connaissance de leurs caractéristiques mécaniques nécessite de nouvelles notions et techniques plus au moins complexes par rapport à celle utilisés pour les matériaux conventionnels homogènes et isotropes.

Il est absolument nécessaire, avant de lancer un matériau pour une utilisation dans un domaine donné, de faire une étude sur ce matériau pour le caractériser. Ce projet porte sur l'étude du comportement d'un composite verre/polypropylène destiné pour l'utilisation dans le domaine de l'automobile vis-à-vis de l'humidité.

Pour faire cette étude, on a divisé ce travail en cinq chapitres. Le premier présente des généralités sur les matériaux composites.

Le deuxième chapitre permet de faire le point bibliographique sur le matériau qui constitue la matrice, le polypropylène.

Dans le troisième, on mettra l'accent sur le vieillissement hygrométrique des matériaux composites à matrice organique, où une première partie est consacrée pour des généralités sur le phénomène de diffusion et la deuxième partie présente les mécanismes de vieillissement.

Le quatrième chapitre porte sur les principales méthodes expérimentales de caractérisation des matériaux composites : composition, détermination des propriétés mécaniques, et les méthodes d'étude de vieillissement.

Enfin, le cinquième chapitre aborde les résultats expérimentaux obtenus avec leurs significations (interprétation).

CHAPITRE I :

Généralités sur les matériaux composites

Les composites sont des matériaux de construction qui offrent, la légèreté, la résistance mécanique, la résistance à la corrosion et la souplesse de construction. Ils remplacent progressivement les métaux dans l'industrie aéronautique, automobile, navale et de loisir. L'utilisation croissante des matériaux composites engendre toutefois de nombreuses difficultés relatives au dimensionnement et à la durabilité des structures, ce qui limite encore la diffusion de ces structures composites à plus grande échelle.

I.1. Définition

Un matériau composite se constitue de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieures à celui des composants pris séparément. [1]

I.2. Présentation des constituants

Un matériau composite est constitué généralement d'une ou plusieurs phases discontinues appelée *renfort* ; dispersées d'une façon contrôlée dans une phase continue appelée *matrice* (figure I.1). Dans le cas de plusieurs phases discontinues de nature différentes le composite est dit hybride. Le renfort est habituellement plus dur avec des propriétés mécaniques supérieures à celle de la matrice.

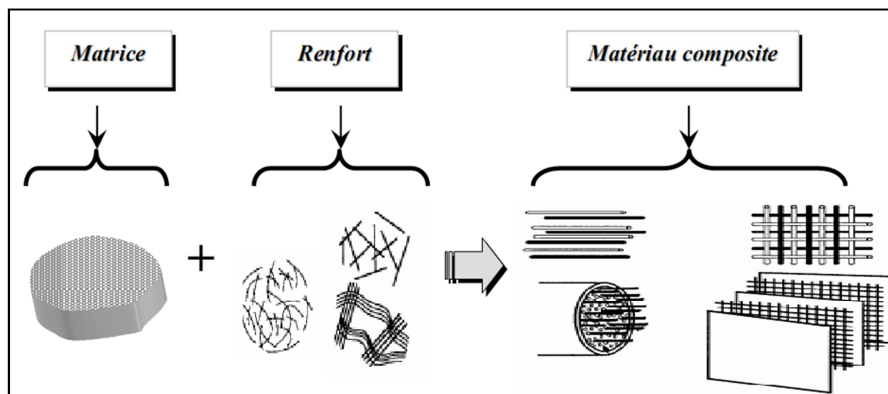


Figure I.1 : Constituants d'un matériau composite.

I.2.1. Le renfort

Les matériaux du renfort, confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. [1] Ainsi, le renfort est le constituant qui va supporter la plus grande partie des efforts mécaniques.

I.2.1.1. La nature du renfort

Les renforts peuvent être de natures différentes. La figure (I.2) récapitule les diverses origines des matériaux constituant les renforts.

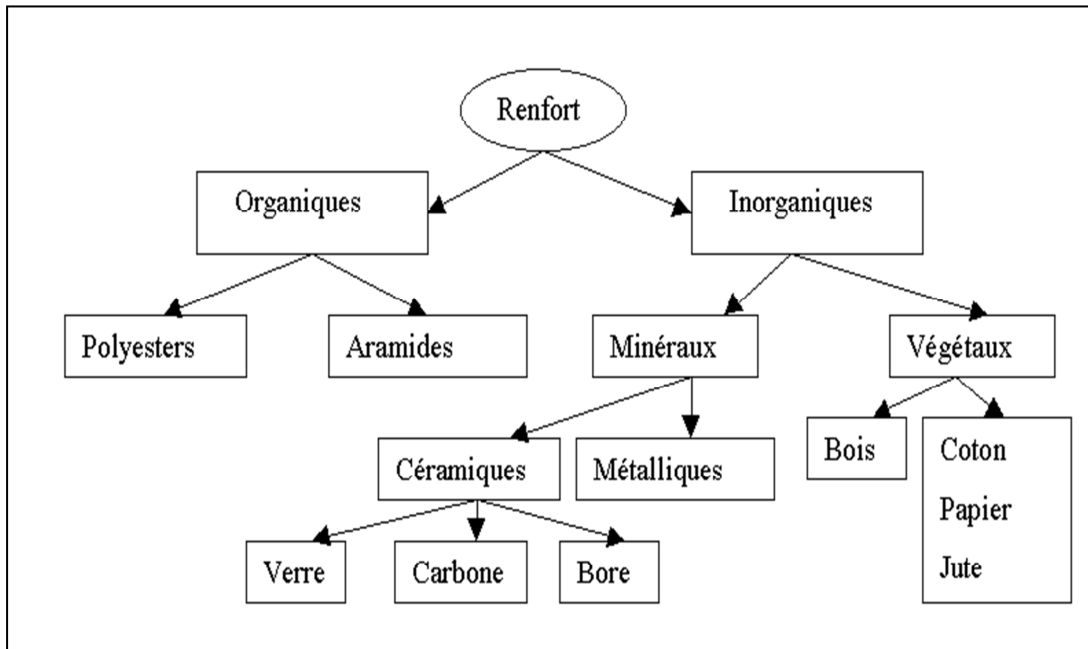


Figure I.2 : Les différents types de renfort.

La forme la plus utilisée pour les renforts est la forme fibreuse dont les fibres de verre et de Carbone, grâce à leurs propriétés, ont connues une très grande exploitation dans l'industrie.

- **Les fibres de verre**

Les fibres de verres constituent le renfort le plus utilisé actuellement pour les composites (dans plus de 95%). Elles offrent pour un pris raisonnable une bonne adhérence, de bonnes propriétés mécaniques (mais inférieures à celles de la fibre carbone) et des propriétés d'isolation électrique acceptables pour la plupart des applications [2]. Cependant, leurs faibles module d'élasticité et leurs densités qui est supérieure à celle des fibres de carbone limitent leurs utilisations pour la fabrication des pièces structurales (en aéronautique par exemple)[3].

Les fibres de verre sont obtenus à partir des oxydes minérales (Silice, Alumine, Caux, Magnésie, Oxyde de bore,...). On distingue plusieurs types [1] :

- ✓ **verre E** : à usage général avec de bonnes propriétés électriques.
- ✓ **verre D** : il a de bonnes propriétés diélectriques pour l'utilisation en électronique (circuit imprimé).
- ✓ **verre C** : il a une bonne résistance chimique, pour les couches superficielles des structures sur le plan chimique.
- ✓ **verre R et S** : ont une haut résistance mécanique pour la réalisation des pièces structurales.

Les fibres de verre **E** sont les plus utilisés, sa composition est donnée dans le tableau (I.1):

Constituants		Composition en masse (%)
Silice	SiO ₂	53 - 54
Alumine	Al ₂ O ₃	14 - 15,5
Chaux	CaO	} 20 - 24
Magnésie	MgO	
Oxyde de bore	B ₂ O ₃	6,5 - 9
Fluor	F	0 - 0,7
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	} < 1
Oxyde de titane	TiO ₂	
Oxyde de sodium	Na ₂ O	} < 1
Oxyde de potassium	K ₂ O	

Tableau I.1: Composition du verre **E**.

- **Les fibres de carbone**

Ces fibres sont élaborées à partir d'un polymère de base appelé précurseurs, se présentant lui-même sous forme de fibres orientées et réticulées. Le plus utilisé de ces précurseurs est le PolyAcryloNitrile (PAN) [1].

Les fibres de carbone possèdent de très bonnes caractéristiques mécaniques d'autant plus que leurs masse volumique est faible (généralement inférieure à 2000Kg/m³). En outre, il faut noter que les fibres de carbones ont une excellente tenue en température en atmosphère non oxydante [1].

Il est important de noter que les fibres de carbone sont sensibles à l'oxygène dès 400°C (pour des applications en atmosphère oxydante, dans le domaine de spatiale, ces matériaux sont revêtus d'une couche protectrice anti-oxydante), et qu'elles présentent une mauvaise résistance aux chocs. Le prix de ces fibres est relativement élevé, d'ailleurs, elles sont réservées principalement pour les utilisées dans des applications structurales [3].

Afin d'améliorer la liaison fibre/résine, les fibres de carbone sont soumis à un traitement de surfaces. Ce dernier est suivi par un procédé d'ensimage textilo-plastique qui facilite l'accrochage de la matrice.

Les autres fibres sont peu utilisées par ce que leurs caractéristiques sont moins par rapport aux deux premières. On peut citer :

- **Les fibres d'aramide**

Elles sont généralement connues sous le nom de *Kevlar*. Elles ont une bonne résistance aux chocs, à l'impact et à l'abrasion, mais leur utilisation est limitée par leur faible résistance à la compression, à la flexion, au flambement, et elles sont sensibles au cisaillement interlaminaire (l'adhérence entre matrice et fibre est mauvaise ou moyenne).

- **Fibres naturelles**

Comme le chanvre et le lin. Ces fibres ont de bonnes propriétés mécaniques (module de Young peu atteindre celui du verre) pour un prix modeste, et sont particulièrement écologiques puisque ce sont des produits naturels. Mais ces fibres, présentent plusieurs verrous techniques : ne sont pas fabriquées par un processus industriel, la quantité et la qualité des fibres produites dépendent de l'environnement, les fibres naturelles sont difficilement calibrable et plus difficilement manipulables.

I.2.1.2. les formes du renfort

I.2.1.2.1. Formes linéiques

Les fibres sont élaborées suivant un diamètre de quelques micromètres (une dizaine), et ne peuvent pas être utilisées sous forme unitaire. Pour leur utilisation en pratique ces fibres sont réunies en fils (continues ou discontinues) ou en mèches de différentes formes.

- **Fibres discontinues**

Elles sont constituées de fibres courtes dont les caractéristiques sont élevées [1]. Ces fibres sont utilisées principalement avec les matrices thermoplastiques (polyamide, polypropylène et le polyester thermoplastique) [4].

Les composites thermoplastiques à fibres courtes offrent de bonnes propriétés mécaniques, mais leur utilisation est toutefois limitée du fait des difficultés de fabrication liées à la grande viscosité des résines thermoplastiques.

- **Les fibres continues**

Elles sont constituées de très grandes fils qui sont coupées au moment de la fabrication du composite. Ces fibres sont essentiellement utilisées avec les résines thermodurcissables, mais le développement des procédés de fabrication a permis de produire des thermoplastiques à fibres longues.

Après la constitution des fils, les fibres peuvent être utilisées sous cette forme (linéique) ou disposées sous forme de mats ou tissées :

I.2.1.2.2. Formes surfaciques

On trouve les mats et les tissus ou rubans développés essentiellement pour la fibre de verre :

- ✓ **Les mats:** Ce sont des nappes de fils continus ou discontinus, disposés dans un plan sans aucune orientation préférentielle, et maintenus ensemble par un liant soluble ou non dans les résines. L'absence d'orientation préférentielle des fibres conduit à une isotropie des propriétés mécaniques du mat dans son plan [1]. Il existe deux types de mats : mats à fibres courtes et mats à fibres continues (Figure I.3).



Figure I.3 : Formes de mats : (a) mat à fibres courtes, (b) mat à fibres continues.

- ✓ **Les tissus et rubans :** Ils sont constitués de deux arrangements surfaciques du fil perpendiculaire entre eux : la chaîne est ensemble de fils parallèles ; La trame est ensemble de fils s'encroisant avec ceux de la chaîne. Suivant le mode d'encroisement entre les fils de la chaîne et la trame, on trouve : toile et taffetas, satin, sergé (voir figure I.4).

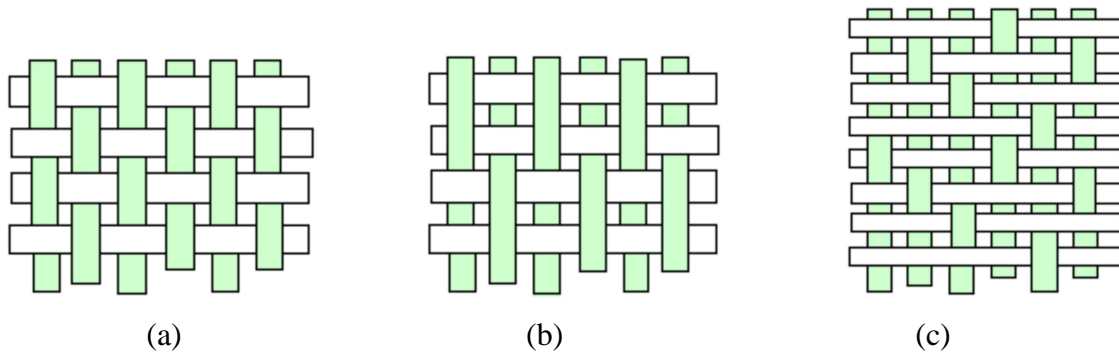


Figure I.4 : Principales forme de tissus : (a) toile et taffetas, (b) sergé, (c) satin

I.2.1.2.3. Formes multidirectionnelles (tresses, tissus complexes, ...etc.)

La forme de tissage est volumique: sous forme conique ou cylindrique ce qui nous donne les tresses (voir figure I.5) et les préformes, ou de multiple directions ce qui nous donne les tissus multidirectionnelles (voir figure I.6).

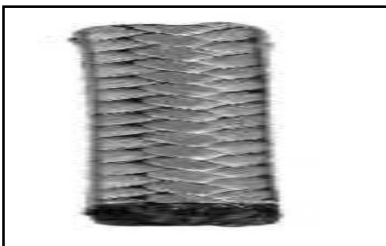


Figure I.5: Tresse.

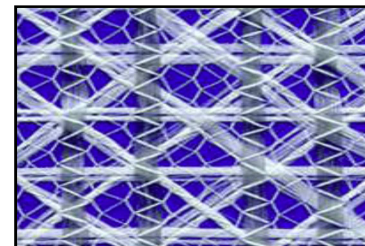


Figure I.6 : tissu multiaxiale.

Les performances de ces différents types d'architecture sont présentées dans le tableau (I.2)

Architecture des fibres	Comportement mécanique	Orientation de la tenue mécanique	Taux maximal de renfort	Type de fibres
Fibres coupées et broyées	Moyen	Quelconque	30%	Verre
Mats fibres coupées	Moyen	Quelconque	30%	Verre
Mats fibres continues	Moyen	Orientée	30%	Verre
Fibres continues	Intermédiaire	Unidirectionnelle	50 à 70%	Toutes
Tissu	Fort	Bi ou tri directionnelle	30 à 70%	Toutes
Nappe	Très fort	Unidirectionnelle bidirectionnelle	50 à 85%	toutes

Tableau 1.2 : Performances comparées des différents types d'architectures

I.2.2. La matrice

La matrice (ou liant) doit remplir une fonction très complexe. Elle doit assurer un lien entre les fibres et elle donner la forme finale de la pièce, elle doit aussi transmettre aux éléments du renfort les efforts qui s'exercent sur la structure et de répartir les contraintes subies. Elle joue également un rôle protecteur du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales (corrosion, oxydation, humidité,...) et les chocs mécaniques.

La fonction de la matrice exige de les constituées par des matériaux assez déformables et compatibles avec le renfort. Les différentes familles de matrices sont données par la figure (I.7)

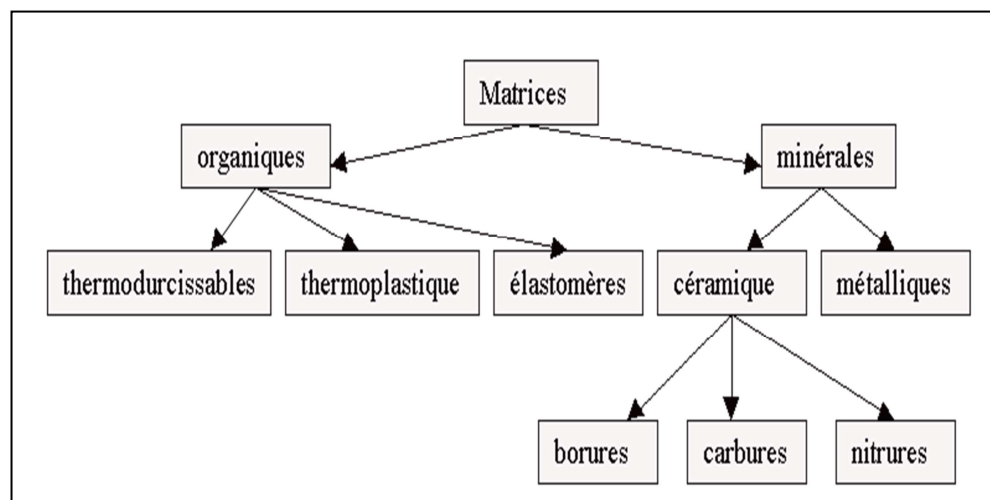


Figure I.7 : Différentes familles de matrice.

I.2.2.1. Les matrices thermoplastiques

Ce sont des polymères constitués de longues chaînes linéaires. Ils se distinguent par leur structure, soit amorphe où les chaînes n'ont pas d'ordre moléculaire apparent, soit semi-cristalline dont la structure est constituée de *sphérolites* ordonnées reliées dans une matrice amorphe [5].

Les résines thermoplastiques possèdent la propriété de pouvoir être mises en forme plusieurs fois par chauffage et refroidissement successif. Elles peuvent donc être récupérées et facilement recyclées [1]. Comparées aux thermodurcissables, les thermoplastiques sont plus résistants à l'impact particulièrement à basse température et à la fatigue, mais leur rigidité est plus faible.

Dans le domaine des composites, les résines thermoplastiques ont un développement limité, du fait de la nécessité de faire appel à des transformations à hautes températures de produits solides [1].

Les principales matrices thermoplastiques utilisées (possédant toutes une tenue en température supérieure à 100 °C) sont les suivantes :

- ✓ Polyamide (PA): tenue au choc, bonne résistance à la fatigue et aux hydrocarbures ;
- ✓ Polytéréphtalate éthylénique et butylénique (PET, PBT) : bonne rigidité, bonne ténacité ;
- ✓ Polycarbonate (PC) : tenue au choc ;
- ✓ Polysulfure de phénylène (PPS) : résistance à l'hydrolyse ;
- ✓ Polyoxyméthylène (POM) : bonne tenue à la fatigue ;
- ✓ Polysulfurés (PSU et PPS): bonne stabilité chimique et à l'hydrolyse, peu de fluage, tenue au chaud ;
- ✓ Polypropylène (PP) : peu onéreux et assez stable en température, mais combustible.

De plus en plus, on utilise des thermoplastiques thermostables (tenue en température > 200 °C et bonnes propriétés mécaniques), en particulier les suivants :

- ✓ Polyamide-imide (PAI);
- ✓ Polyéther-imide (PEI);
- ✓ Polyéther-sulfone (PES);
- ✓ Polyéther-éther-cétone (PEEK).

I.2.2.2. Les matrices thermodurcissables :

Se sont des polymères réticulés, c'est-à-dire constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules liées entre elles. Ces matériaux sont amorphes [5]. Cette structure confère aux résines thermodurcissables des propriétés mécaniques et thermomécaniques plus élevées. Elles sont principalement infusible, très difficilement soluble et contrairement aux résines thermoplastiques ; les résines thermodurcissables sont difficilement recyclable.

les résines thermodurcissables sont les plus employées comme matrices des matériaux composites (70% de l'ensemble des matériaux produits) pour des raisons de prix, de facilité de mise en œuvre, et de performances [6].

Parmi ces résines, les plus utilisées sont [6]:

- ✓ **Les polyesters insaturés** : Se sont les résines les plus utilisées pour la réalisation des matériaux composites ; pour des raisons de prix, de niveau de performances, et pour leur souplesse dans la mise en œuvre. Elles sont renforcées le plus couramment par des fibres de verre.
- ✓ **Les époxydes** : elles sont généralement renforcées par des fibres de carbone. Elles sont utilisées pour des applications structurales parce qu'elles possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques.
- ✓ **Les résines vinylesters** : ces résines se rapprochent des résines polyesters par leur mode de copolymérisation (facilité de mise en œuvre) et des résines époxydes par leurs caractéristiques structurales (tenue mécanique, thermique et chimique meilleur par rapport aux résines polyester).
- ✓ **les résines phénoliques** : elles sont caractérisées par leur tenue au feu à haut température. Le développement de ces résines est freiné par une mise en œuvre plus délicate que celle des composites polyesters.

I.2.3. L'interface

L'interface fibres/matrice est créée pendant la phase d'élaboration du matériau composite afin d'assurer une bonne compatibilité entre les deux phases et d'éviter le déplacement de l'une par rapport à l'autre [6]. Ainsi le rôle essentiel attribué à l'interface est de permettre de :

- ✓ Assurer la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tout le matériau en empêchant, par exemple la formation de porosités,
- ✓ Transmettre les efforts : en effet, la matrice répartit et transmet les efforts aux fibres par l'intermédiaire des interfaces,
- ✓ Protéger l'une des deux phases : les fissures peuvent ainsi être divisées, l'humidité arrêtée par l'ensimage (fibre de verre) ou la réaction chimique de la matrice sur le renfort ralentie (matrice métallique).

I.2.4. Les charge

Les matrices des composites à matrice organique ne sont pas constituées de la résine seule, il est souvent nécessaire d'ajouter d'autres produits, les charges.

On désigne sous le nom charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien simplement de réduire le prix de revient du matériau transformé.

Pour les matières thermoplastiques, les charges ne sont pas des adjuvants indispensables. Leurs utilisations a prix un essor considérable seulement dans ces dernières années. Par contre, les matières thermodurcissables, ont toujours contenu les charges de nature et de formes variées, à des taux souvent élevés pouvant atteindre 60% en masse. [30]

Si l'incorporation de la charge dans la résine a pour principal objectif d'améliorer les caractéristiques mécaniques telles la résistance à la rupture et la rigidité alors la charge est considérée comme renforçante. Sinon, si le rôle principal est de diminuer le cout de la résine en conservant les performances de celle-ci, alors la charge est considérée non renforçante. [1]

Les charges sont très variées, voir la nature (organique, minérale, oxydes et hydrates métalliques, verre et carbone) ou la forme (sphérique ou sphéroïdale, et des charges fibreuses) (Figure I.8).

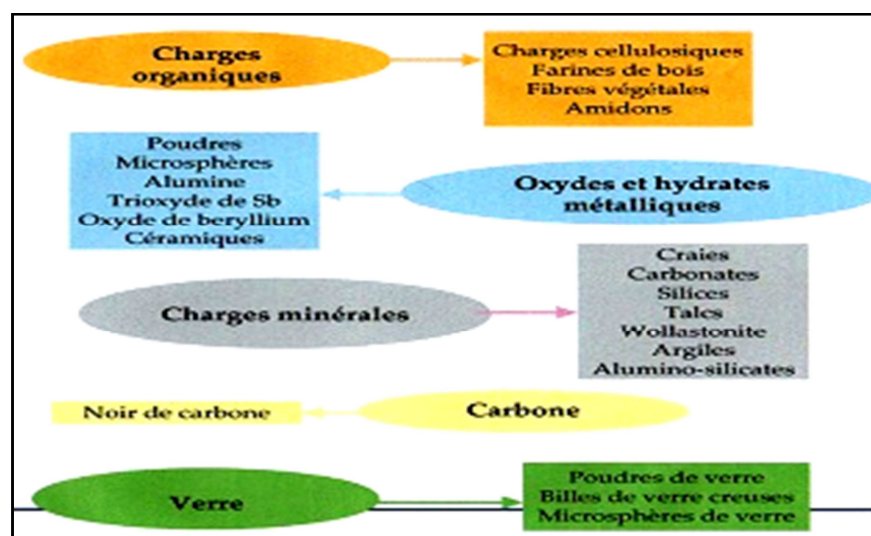


Figure I.8 : Différents types de charges

- **Les talcs**

C'est des charges minérales. Ils sont utilisées pour améliorer l'isolation thermique et la résistance à l'eau et facilite l'opération du moulage.

Le talc est la charge la plus utilisée dans les thermoplastiques (Polypropylène, Polyéthylène....), il leur confère une meilleure résistance au fluage ainsi qu'une plus grande rigidité. Il apporte une pigmentation blanche à gris claire.

A titre d'exemple, le polypropylène chargé de 40% de talc voit son module apparent de rigidité tripler par rapport au polypropylène non chargé.

L'indice de fluidité passe de 2.5 à 3.6g/10min et le module d'young en flexion passe de 4000 à 4400MPa.

I.3. Catégorie des composites

Deux grandes catégories peuvent être distinguées [6]:

- ✓ **Composites à grandes diffusions (GD)** : Sont les plus courants, généralement réalisés à partir des fibres de verre et de résine, polyester insaturé ou phénolique, destiné à des fabrications de grandes séries. Ces matériaux sont caractérisés par leurs faibles propriétés mécaniques avec un coût compatible.
- ✓ **Composites à hautes performances (HP)** : Sont surtout des matériaux composites à résines époxydes renforcées par des fibres de verre, de carbone ou d'aramide. Contrairement à la première classe, ces matériaux présentent des propriétés mécaniques spécifiques plus élevées mais d'un coût unitaire important. Ces matériaux sont utilisés dans le spatiale, l'aéronautique, l'industrie de sport, l'électronique, le génie chimique et la construction navale.

I.4. Classifications des composites

La nature du matériau constituant la matrice permet de répertorier trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température: les composites à matrice polymère (C.M.P), les composites à matrice métallique (C.M.M) et les composites à matrice céramique (C.M.C). Il est alors possible d'associer à ces trois types de matrice des renforts discontinus, dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions de la pièce, soit des renforts continus, dont au moins une dimension est du même ordre grandeur qu'une dimension de la pièce. Les matériaux utilisés comme renforts présentent de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques (carbone, alumine, silice, bore, kevlar, acier, nitrure et carbure de silicium...). Parmi

les renforts discontinus, on trouve des fibres courtes monocristallines d'une longueur comprise entre 20 et 100 micromètres et des particules (billes, plaquettes, éclats...) caractérisées par un rapport d'élanement inférieur à 5 et une taille qui peut varier du micromètre à quelques centaines de micromètres. Les renforts continus ou fibres longues ont quand à eux un diamètre qui varie selon leur nature entre quelques micromètres à plus d'une centaine de micromètres. Selon l'application envisagée, l'assemblage de ces fibres longues peut être unidimensionnel (plis unidirectionnels), bidimensionnel (plis tissés, mats à fibres coupées de quelques centimètres ou à fibres continues) ou tridimensionnel (tissus multidimensionnels). Donc les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants.

I.5. Architecture des matériaux composites

I.5.1. Les stratifiés

Pour la réalisation de stratifié on utilise couramment des produits de renforcement en feuilles (voir figure I.9). Les couches (feuilles) sont orientées suivant un référentiel commun et désigné comme le référentiel du stratifié.

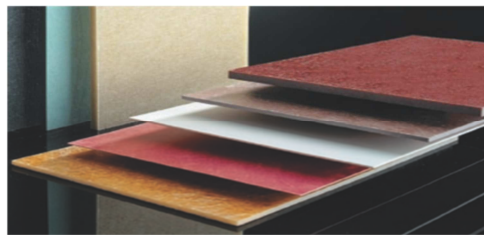


Figure I.9: Stratifié à mat de verre.

I.5.2. Matériaux sandwich

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance comme le montre la figure (I.10). L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

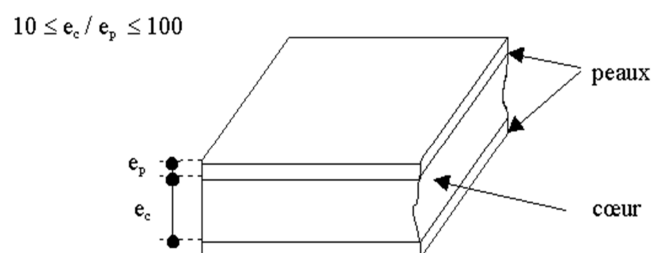


Figure I.10 : la forme d'un matériau sandwich

I.6. Mise en œuvre des matériaux composites à matrice organique

Il existe plusieurs technologies de mise en œuvre des matériaux composites et chacun d'entre eux passe par deux étapes essentielle : la disposition des fibres et la matrice dans le moule et puis la solidification de la matrice. L'aspect cout et l'aspect techniques (la qualité attendue et le nombre de pièces) sont les deux facteurs qui imposent le choix de mode de réalisation.

Les procédés de transformation des composites peuvent mettre en œuvre des semi-produits élaborés séparément ou réaliser simultanément matériau et produit. Ils peuvent être regroupés en deux familles [2]:

- **La voie humide :** consiste à imprégner les renforts au moyen de la résine thermodurcissable au cours de la fabrication du produit : produit et matériau composite sont réalisés simultanément. Le préimprégné est pré-catalysé ; avant utilisation, il doit être conservé en chambre froide (-5°C).
- **La voie sèche :** consiste à mettre en forme les renforts préimprégnés avec une matrice thermodurcissable ou thermoplastiques et l'on dispose alors d'un semi-produit prêt à l'emploi. La difficulté réside dans l'accrochage de la matrice sur le renfort. En particulier lorsque celui-ci est sous forme de fibre longue ou tissu. la pièce est élaborée en deux étapes :
 - ✓ Fabrication et stockage du semi produit : pour les thermoplastiques le semi-produit est conservé dans une chambre froide, alors que le semi-produit thermodurcissable sont conservés à la température ambiante,
 - ✓ La mise en forme du produit finale et polymérisation.

L'utilisation de semi produit permet d'obtenir des matériaux à faible taux de résines et elle est caractérisée par une facilité d'utilisation et une possibilité d'automatisation.

le tableau ci-après montre la synthèses des procédés de transformation des matériaux composites :[4]

Procédés de transformation	Utilisation	Renfort		Matrice	Cycle
		Nature	Taux (%)		
1.- Formes 3D moulées, sans presse avec 1 seul moule					
Contact	GD	Mat ou tissu de verre	30-40	Polyester, vinylester	Jour
Projection simultanée	GD	Fibres coupées (l=4-6 cm)	25-30	Polyester	2 jours
Drapage autoclavé	HP	Tissus préimprégnés carbone, aramide, verre R	Jusqu'à 50	Epoxy	2 jours
2.- Formes 3D moulées à la presse avec 2 moules					
Pressage basse pression RTM	GD	Mats de verre	22-28	Polyester	20-30 mn
	HP	Tissu verre R ou carbone	Jusqu'à 80	Epoxy	20-30 mn
Compression moyenne pression	GD	Semi-produit BMC ou SMC		Matrice TD	2-3 mn
Estampage TRE	GD	Plaques TRE		Matrice TP	1 mn
Injection haute pression TP	GD	Granulé TPR		Matrice TP	De 10 s à 1 mn
Injection transfert haute pression TD	GD	Semi-produit BMC		Matrice TD	1,5-2 mn
Injection réaction R-RIM (moule fermé)	GD	Fibres de verre broyées l=0,1-0,2 mm	15-20	Polyuréthane	1-2 mn
Injection réaction S-RIM (moule ouvert)	GD	Mat de fibres longues	<30	Polyuréthane	1-2 mn
3.- Formes profilées ou produits longs					
Stratification en continu	GD	Mat de verre fibres coupées	25-30	Polyester	6-12 mn
Pultrusion	GD	Fibres continues verre	50-80	Polyester	1-2 m/mn
	HP	Fibres continues carbone	50-80	Epoxy	0,5 m/mn
4.- Formes de révolution					
Centrifugation	GD	Fibres coupées, mat enroulé ou tresses de verre	35-45	Polyester	Quelques heures
Enroulement filamentaire	GD	Fibres continues verre E	50-70	Polyester, vinylester	De 1 heure à 1 jour
	HP	Fibres continues verre R, carbone, aramide	60-80	Epoxy	De 1 jour à quelques jours

Tableau I.3 : synthèse des procédés de transformation des matériaux composites

Conclusion

Les matériaux composites offrent une grande variété qui découle de la variété de leurs constituants. Par ailleurs, le choix de ces constituants pour le composite désiré est très difficile à mettre en œuvre. Il est très compliqué de réaliser un compromis entre des impératifs technologique d'une part, un niveau de performances et le cout d'autre part.

Cependant, durant sa mise en service, le composite est commandé par certaines propriétés physique, chimiques et mécaniques de la matrice. Ainsi, il apparait nécessaire qu'avant de faire une étude sur un matériau composite de bien identifier sa matrice. Le chapitre suivant présente l'essentiel de la recherche bibliographique sur le polypropylène qui constitue la matrice du matériau étudié dans le présent projet.

CHAPITRE II:

Le polypropylène

Le réchauffement de la terre et l'augmentation des coûts de certaines matières qui se raréfient pousse l'industrie à se diriger vers le développement de l'utilisation des matériaux recyclables comme les thermoplastiques dont le polypropylène fait partie. Surtout que ce matériau présente une propriété très intéressante pour la mécanique, c'est la résistance aux impacts.

II.1.Description :

Le polypropylène noté (PP) est un polymère thermoplastique qui appartient à la famille des polyoléfines. Il est obtenu par la polymérisation de monomères propylènes.

La polymérisation consiste à ouvrir la double liaison pour provoquer un enchaînement des maillons. Pour le polypropylène cette opération nécessite la présence d'un catalyseur de type Ziegler-Natta ou métallocène (figure II.1). Les liaisons ainsi produites dans la chaîne c'est des liaisons covalentes.

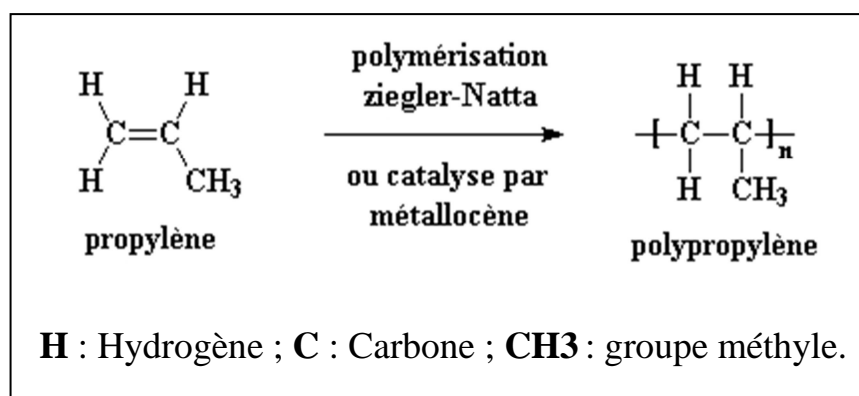


Figure II.1 : polymérisation de polypropylène

Les liaisons entre les chaînes linéaires du polypropylène sont de type Van der Waals, donc faibles sur le plan mécanique. [8]

La tacticité du polypropylène est caractérisée par la répartition des groupes méthyles sur les chaînes. Il peut être : isostatique, atactique, syndiotactique. Les catalyseurs Ziegler-Natta conduisent à un propylène isostatique, mais les métallocènes permettent d'obtenir du polypropylène isostatique ou syndiotactique.

- **Polypropylène isostatique :**

Dans ce cas les groupes méthyles sont repartis du même côté de la chaîne. (Figure II.2).

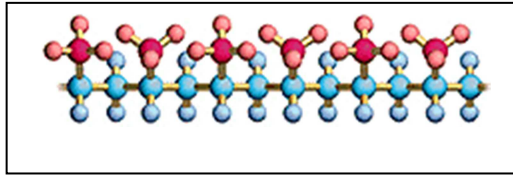


Figure II.2 : polypropylène isostatique.

La quasi-totalité des polymères industriels isostatiques (jusqu'à 99% avec les catalyseurs modernes : métallocènes). [9]

- **Polymère atactique :**

Dans ce cas la répartition des groupes méthyles est aléatoire sur la chaîne (Figure II.3).

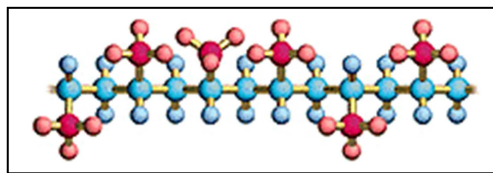


Figure II.3 : polypropylène atactique.

Les propriétés d'un polymère atactique sont très éloignées des propriétés de l'isostatique.[9] D'ailleurs ce type n'est pas intéressant pour l'industrie.

- **Polypropylène syndiotactique :**

Dans ce cas la chaîne contient des séquences des deux types cités précédemment : des séquences de polypropylène atactique et d'autres isostatiques (figureII.4).

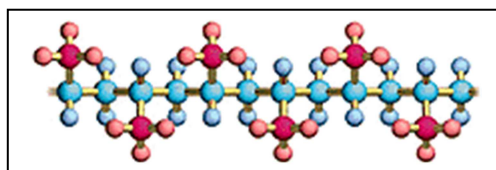


Figure II.4 : polypropylène syndiotactique.

Ce type de polypropylène n'a reçu jusqu'à présent que peu d'applications industrielles.[9]

II.2 .Structure de polypropylène

II.2.1.La structure semi cristalline

La quasi-totalité du volume du polypropylène est constituée d'une partie cristalline. Lors de sa mise en œuvre, il passe par un état fluide. Pendant son refroidissement, les chaînes moléculaires adoptent une conformation régulière en zigzag plan ou hélice, et s'empilent de façon ordonnée et compacte : le polypropylène se cristallise. Les chaînes ainsi disposées forment des lamelles cristallines. L'épaisseur d'une lamelle est de quelques dizaines de motifs

monomères, de l'ordre d'une certaine d'Angströms, ce qui est inférieur à la longueur d'une molécule (1000à100000A°). Par conséquent une même chaîne macromoléculaire peut être incluse dans plusieurs domaines cristallins et amorphes. Cette chaîne macromoléculaire peut également être ainsi repliée sur elle-même dans une même cristallite. D'un point de vue local un polymère semi cristallin peut être décrit come une alternance de lamelles cristallines et de zones amorphes.les lamelles cristallines sont connectées à travers la phase amorphe par des fragments de molécules (figure II.4). La cristallisation du polypropylène est gouvernée par d'une part le taux de refroidissement et d'autre part par l'équilibre thermodynamique existant dans le système. Plus le taux de refroidissement est faible plus la structure cristalline est dense. [10]

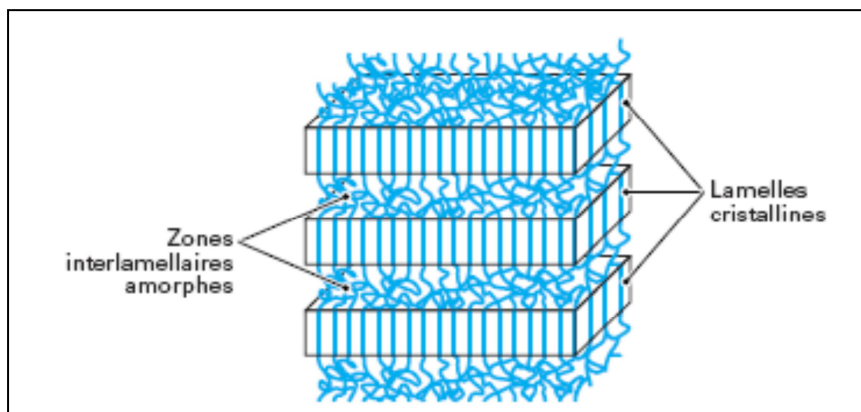


Figure II.5 : lamelles cristallines et zones amorphes

II.2.2. Structure amorphe

Le polypropylène est constitué également d'une zone amorphe qui est caractérisé par l'absence d'ordre à grande distance. Dans cette zone, les macromolécules peuvent former des zones d'enchevêtrements physiques. La longueur des segments entre ces enchevêtrements est assez grande pour que les segments se comportent comme des chaînes individuelles. La présence de volume libre dans cette zone détermine la mobilité des macromolécules et l'aptitude du polymère à changer la conformation. Ainsi, seule la fraction amorphe est affectée par le vieillissement physique. [10]

II.3. Types de matériaux produits par le polypropylène

On peut produire par le polypropylène trois types de matériaux : homopolymères, copolymères, et compounds.

II.3.1. Les homopolymères

Ce sont des polymères obtenus par polymérisation d'un seul monomère, propylène.

Les produits commerciaux ont un taux de cristallinité variant de 50 à 70% qui dépend du taux d'isotacticité et des conditions de transformation [19]. Ils sont caractérisés par un module de Young et une température de fusion élevée, mais la résistance au choc faible. [11]

II.3.2.Copolymère

Pour réaliser des copolymères, il faut réagir des monomères. Deux types de copolymères existent :[9]

- **Copolymères statiques**

Ils sont généralement obtenus par copolymérisation de propylène et d'éthylène. La structure de ces copolymères est bisemblable à celle des homopolymères, avec une distribution statistique des motifs éthylénique (figure II.5).



Figure II.6 : copolymères statique

- **Copolymères à bloc**

Dans de tels copolymères, la chaîne comporte des blocs différents. Les uns comportent le seul motif étranger, le plus souvent de l'éthylène (figure).



Figure II.7 : copolymère à bloc comportant des motifs A (propylène) et B (éthylène)

II.3.3.Compound à base de polypropylène

Les mélanges à base de polypropylène les plus utilisés sont les suivants :[9]

- **Polypropylène chargé de talc ou de carbonate de calcium** : la quantité en masse de la charge environ 40%. Ces charges augmentent la rigidité et la tenue thermique, la résistance au choc est peu modifiée.
- **Polypropylène renforcé de fibre de verre ou de mica** : la quantité du renfort présente 20 à 30% en masse. Ces renforts augmentent non seulement le module de Young et la tenue thermique du polypropylène, mais aussi sa résistance au choc.
- **Polypropylène auquel on ajoute un élastomère** : en générale éthylène/propylène (EPM) ou Ethylène/Propylène/Diène (EPDM). Ils ont des résistances au choc très élevée, non seulement à la température ambiante ; mais aussi, à des températures jusqu'à 40°C. Par contre, leur rigidité est leurs tenue thermique sont plus faibles que celle des polypropylènes non modifiés.

II.4. Propriété du polypropylène

Les propriétés du polypropylène dépendent essentiellement de sa tacticité, qui joue directement sur le taux de cristallinité, et la masse molaire du matériau (tableau II.1).

Tableau 1 – Influence des paramètres structuraux sur les principales propriétés des polypropylènes		
Propriétés	Variation (1) des propriétés	
	Cristallinité	Masse molaire
Température de fusion	↗	→
Température de ramollissement Vicat	↗	→
Résistance en traction	↗	↗
Module de Young	↗	→
Résistance au choc	↘	↗
Perméabilité aux gaz	↘	→
Indice de fluidité à chaud (<i>IF</i>)	→	↘
Viscosité à l'état fondu	→	↗

(1) ↗ augmente → varie peu ↘ diminue.

Tableau II.1 : influence des paramètres structuraux sur les principales propriétés des polypropylènes.

Les propriétés du polypropylène dépendent aussi du type de matériau (homopolymère, copolymère, compound) (tableau II.2) et la méthode de mise en œuvre.

Tableau 5 – Caractéristiques de différents polypropylènes chargés, renforcés et modifiés par des élastomères				
Propriété	Norme	PP (homopolymère)		PP modifié par un élastomère
		+ 40 % talc	+ 30 % fibres de verre	
Masse volumique(kg · m ⁻³)	NF T 51-063	1 210	1 140	898 à 900
Propriétés thermiques				
Température de fusion(°C)	NF EN ISO 3146	158 à 168	168	150 à 168
Température de ramollissement Vicat sous 1 kg(°C)	NF EN ISO 306	160	160	130 à 145
Température maximale d'utilisation (1)(°C)	100	100	100
Conductivité thermique(W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	NF X 10-021	0,51	0,27	0,22
Capacité thermique massique.....(J · kg ⁻¹ · K ⁻¹)	1 340	1 340	1 700
Coefficient de dilatation linéique(K ⁻¹)	ISO 11359-2	0,8 × 10 ⁻⁴	0,8 × 10 ⁻⁴	1,1 × 10 ⁻⁴
Propriétés mécaniques				
Contrainte au seuil d'écoulement en traction.....(MPa)	NF EN ISO 527	31 à 33	11 à 28
Résistance à la rupture(MPa)	NF EN ISO 527	29 à 35	70	18 à 35
Allongement à la rupture.....(%)	NF EN ISO 527	3 à 8	1 à 3	200 à 700
Résistance en flexion(MPa)	NF EN ISO 178	49 à 68	80 à 98	21 à 42
Module de Young en traction.....(MPa)	NF EN ISO 527	3 150 à 4 025	6 500 à 7 000	350 à 1 050
Résistance au choc (Charpy) à 23 °C (2)(kJ/m ²)	NF EN ISO 179	4	6	30
Propriétés électriques				
Facteur de dissipation diélectrique (tan δ) à 10 ⁶ Hz.....	NF C 26-230	2,51	2,62	2,2
Rigidité diélectrique(MV/m)	PR NF EN 62062	95	50	70
Résistivité transversale(Ω · cm)	NF C 26-215	> 10 ¹⁶	> 10 ¹⁶	> 10 ¹⁶
(1) En service continu.				
(2) Sur éprouvettes entaillées.				

Tableau II.2 : caractéristiques de différents polypropylènes.

II.5. Spécificité du polypropylène

Les propriétés du polypropylène lui donnent un nombre de spécificité qui, par la suite, détermine le domaine d'utilisation :

- ✓ il offre une bonne barrière à l'eau parce que le pourcentage d'absorption d'eau est très faible.
- ✓ il offre une excellente résistance chimique : le polypropylène n'est pas attaqué par les solutions aqueuses de sels minéraux, par les bases et les acides minéraux dilués à température inférieure à 60°C.[19]
- ✓ il est très sensible à l'oxydation et sa perméabilité à l'oxygène est trop élevée.
- ✓ il est très sensible aux radiations Ultra-violettes (UV).
- ✓ est un bon isolant électrique : c'est un polymère non polaire.
- ✓ est un matériau combustible.
- ✓ est un matériau transparent.
- ✓ il a une bonne compatibilité avec un usage alimentaire.

II.6. Domaines d'utilisation

Le domaine d'utilisation du polypropylène est très vaste :

- ✓ **Automobile** : tableau de bord, volant, pédales d'accélération, pales réglables de déviation d'axe, ceinture de sécurité, enveloppes de batteries,...
- ✓ **Electricité** : câbles supportant une température relativement élevée, câbles à haute tension.
- ✓ **Plomberie** : tuyaux pour eau chaude.
- ✓ **Appareils électroménagers** : paniers et tambours de machine à laver,...
- ✓ **Matériels médicaux** : les seringues et certains matériaux de laboratoire.
- ✓ Les films de polypropylène sont utilisés dans l'emballage (principalement les produits alimentaires).
- ✓ Produits textiles,...

II.7. Mise en œuvre des thermoplastiques

Le polypropylène peut être mis en œuvre par plusieurs procédés de fabrication dont le procédé d'injection est très utilisé et il est adapté aux thermoplastiques renforcés par des fibres courtes ou longues.

Les conditions d'injection des polypropylènes dépendent essentiellement des dimensions de l'objet à fabriquer. La pression d'injection est comprise entre 80 et 200 MPa ; la température d'injection peut varier de 210 à 280°C ; le moule est en générale à la température ambiante. Le retrait des pièces moulées se situe entre 1 et 3%. [9]

Pour fabriquer une pièce composite à résine thermoplastique on doit passer par deux étapes : la fabrication du semi-produit ou compound puis la mise en forme de la pièce.

II.7.1.Mise en œuvre des thermoplastiques à fibres courtes

II.7.1.1Fabrication du compound

La viscosité élevée des résines thermoplastiques explique la technologie de fabrication de compounds, à savoir le compoundage par extrusion/granulation qui, grâce à l'action de la chaleur et des forces de cisaillement élevées, développées par l'action de la ou des de compoundage, conduit à une dispersion homogène et à un bon niveau d'imprégnation des fibres de renfort par les résines thermoplastiques.

Plusieurs méthodes de compoundage existent essentiellement selon le mode d'introduction des fibres de verre. La méthode la plus répandue à ce jour consiste à introduire, en borage séparé sur une extrudeuse double vis (Figure II.8), la résine à l'entrée de l'extrudeuse (en zone 1) le renfort sous forme de fils coupés de 3 à 4,5mm dans une deuxième zone d'alimentation (zone 2) après fusion de la résine (<< introduction en matière fondue >>).

Après dégazage et homogénéisation dans la troisième zone de l'extrudeuse, la matière est extrudée à travers une filière à joncs circulaire puis granulée, refroidie séchée, triée et emballée,

Ces machines permettent d'obtenir des débits de l'ordre de 500 Kg à plusieurs tonnes par heure de compound. [4]

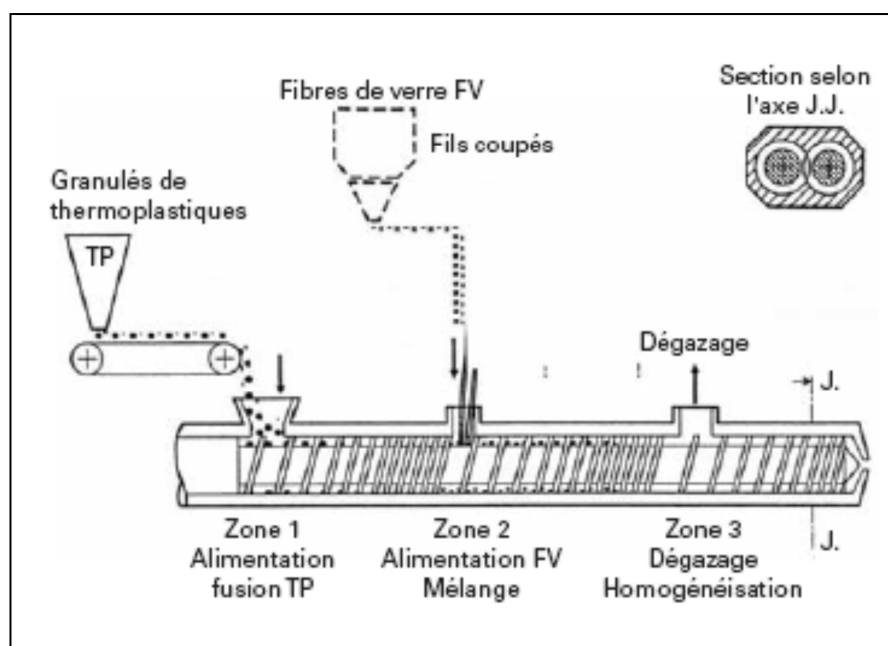


Figure II.8 : schéma d'une extrudeuse double vis avec alimentation fil coupé en matière

Les bases de renfort obtenu vont de 10 à 50% en masse selon les résines et les propriétés recherchées. Les résines les plus utilisées sont les polyamides, les polyesters et les polypropylènes. Les résines amorphes telles que les styréniques moins utilisées du fait notamment de leur viscosité nettement plus élevée.

II.7.1.2. Mise en œuvre des granulés thermoplastique a fibre courtes (SFT) :

Principe :

La mise en œuvre des granulés thermoplastiques à fibre courtes est essentiellement réalisée en moulage par injection au moyen d'une presse à injection à vis (figure II.9).

La matière est plastifiée par la vis. Elle remplit une chambre d'injection à la sortie de la vis. Par un mouvement rapide de translation, la vis pousse la matière dans le moule à travers des canaux.

Une presse à injecter comporte deux parties :

- ✓ la partie plastification dont le principe est similaire a celui d'une extrudeuse ;
- ✓ et la partie fermeture qui assure le mouvement du moule : ouverture-fermeture et verrouillage.

La taille des machines est adaptée à celle des pièces moulées. Leur force de fermeture varie, dans le cas des SFT, de quelques dizaines de tonnes à quelques milliers de tonnes.

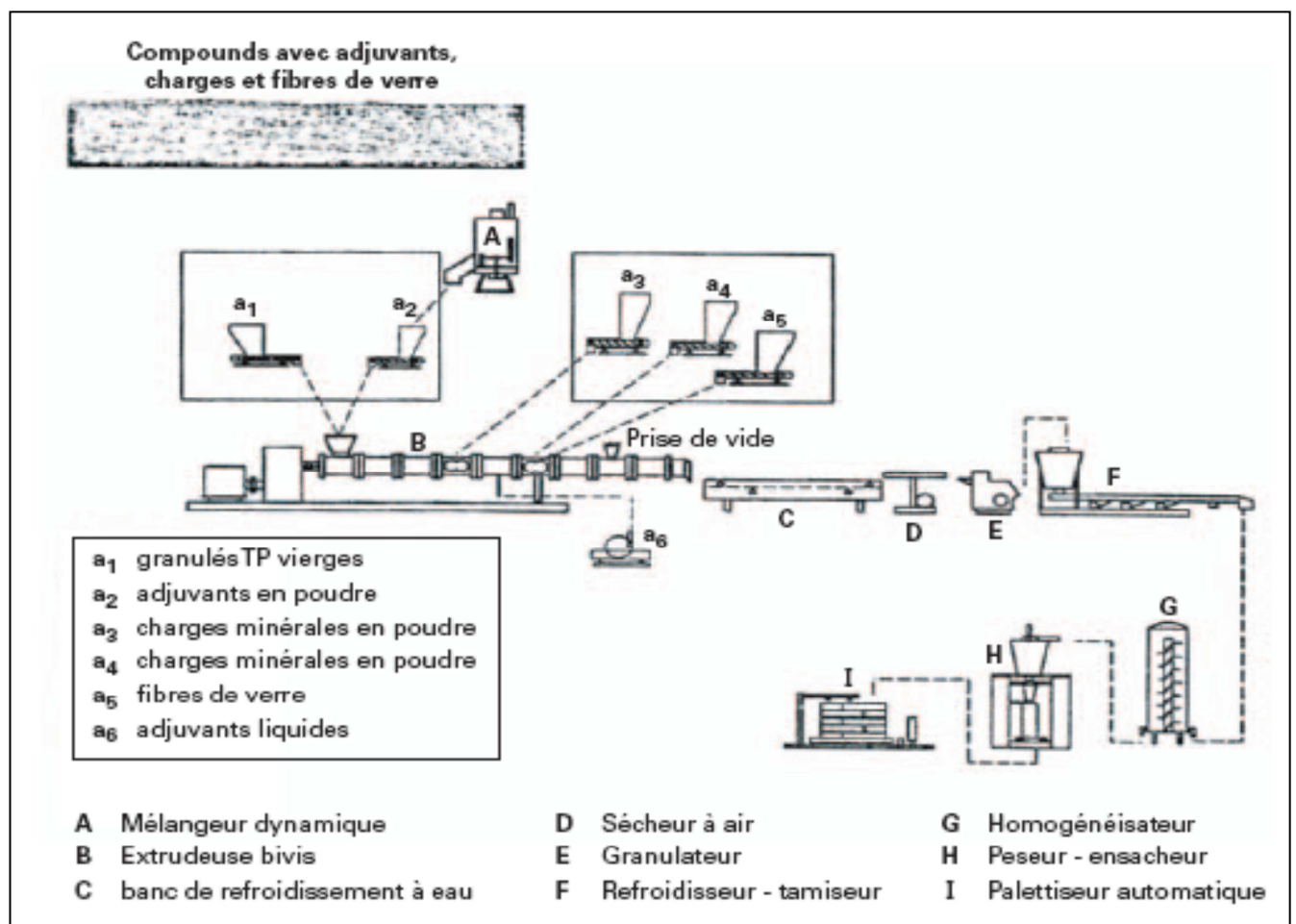


Figure II.9 : ligne industrielle complète compoundage SFT

II.7.1.3. Avantage et inconvénient de la méthode :

- ✓ Ce procédé permet la réalisation en discontinu de pièces très divers, pouvant aller de pièces très petites de quelques grammes, pour l'horlogerie par exemple, à des pièces de quelque dizaines de kilogrammes.
- ✓ Un des intérêts les plus importants de ce procédé est de pouvoir réaliser facilement des pièces complexes sans reprise d'usinage.
- ✓ les secteurs d'application des SFT sont très variés de même que le type des pièces réalisées.
- ✓ l'état de la surface est inférieur à celui des pièces réalisées en thermoplastique pur. Cela est dû à la présence en surface de filaments de verre. Il est donc difficile d'avoir une surface brillante
- ✓ Les coûts des presses à injecté est élevés (investissement important)

II.7.1.4. Conséquences de la présence de fibres de verre courtes dans une résine thermoplastique

la fibre de verre permet d'augmenter certaines propriétés physique, mécaniques et thermiques des résines thermoplastiques :[4]

- ✓ Augmentation de la résistance à la rupture en traction et en flexion, et la rigidité du matériau, par contre la résistance au choc est diminuée.
- ✓ Augmentation de la température de fléchissement sous charge : elle est voisine de la température de transition vitreuse pour les résines amorphes, et de la température de fusion pour les résines cristallines.
- ✓ la présence du verre ne modifie pas essentiellement les propriétés chimiques.

II.7.2. Mise en œuvre des thermoplastiques renforcés par des fibres longues (GLFT)

II.7.2.1. Fabrication des compounds

Les GLFT sont des semi-produits granulés thermoplastiques à fibres longues [4]. Ils sont obtenus à partir de rovings de verre imprégnés en matière fondue puis refroidis. Ces granulés sont obtenus directement avec les proportions nécessaires de composants et additifs (renfort, agent de couplage, stabilisant Ultra-violet ou thermique, ...). [12]

II.7.2.2. Mise en œuvre des compounds à fibres longues

Les GLFT peuvent être transférés par le procédé de moulage en compression, par l'injection ou par l'injection-compression.

Dans le cas de l'injection simple, ce procédé suit les mêmes étapes que le procédé d'injection des thermoplastiques à fibres courtes :

- ✓ Les matières sont plastifiées ou compoundées au moyens d'un groupe de compoundage constitué d'une extrudeuse bivi ;
- ✓ Injecter la matière dans un moule au travers d'une buse ;

- ✓ Compacter : le moule est fermé lors de l'injection, et la pression de maintien est directement appliquée à travers la buse ;
- ✓ Refroidir pour récupérer les pièces.

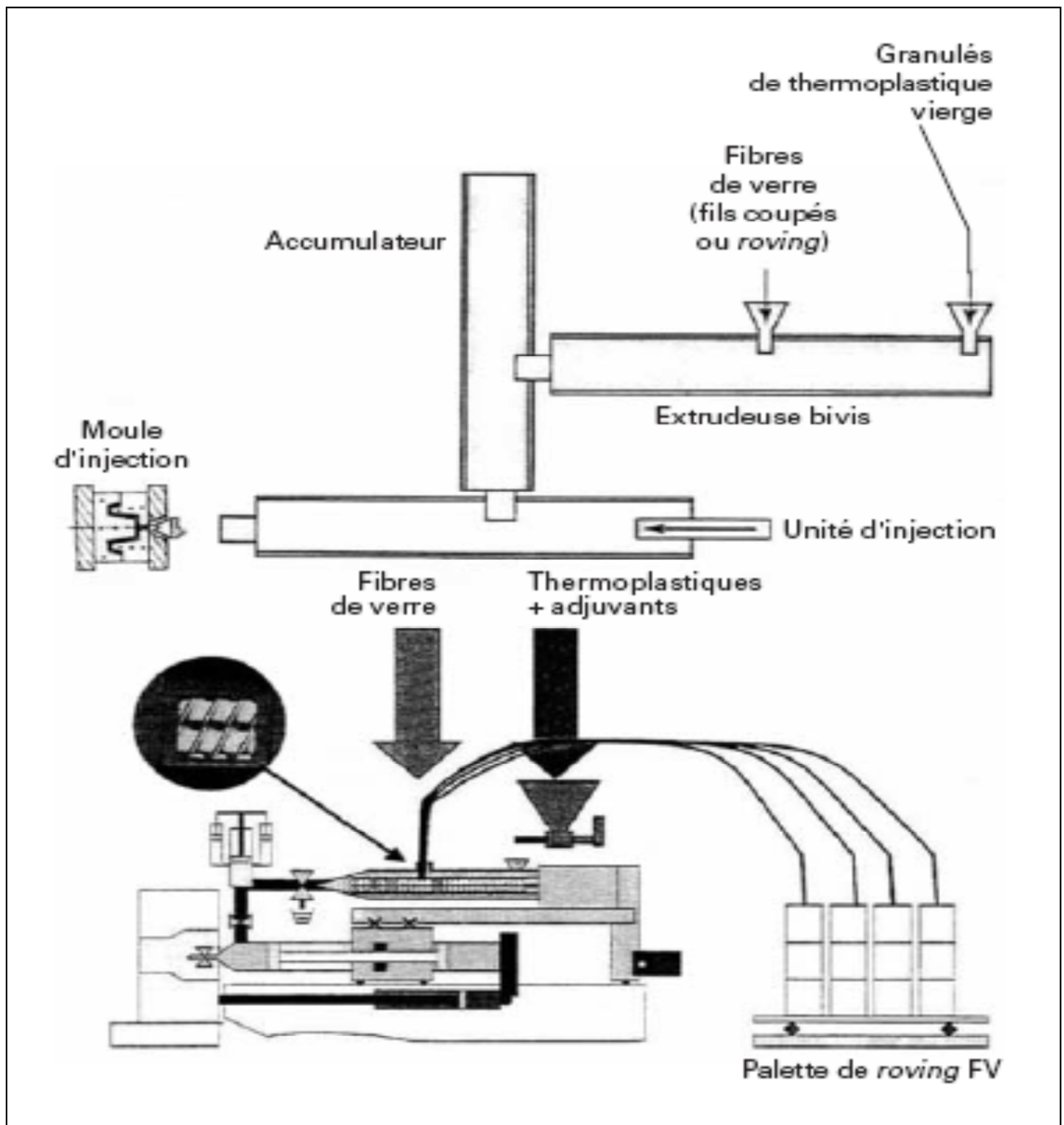


Figure II.10 : moulage par injection de GLFT (ligne Krauss-Maffei)

II.7.2.3. Conséquences de la présence des fibres longues dans une résine thermoplastiques

- ✓ Augmentation de la résistance aux chocs ; la rigidité et la ductilité du matériau ;
- ✓ Augmentation des propriétés thermiques (rigidité à chaud) ;
- ✓ Amélioration de la tenue au fluage et en fatigue ;
- ✓ plus grande stabilité dimensionnelles ;
- ✓ masse volumique plus faible variant de 1,1 à 1,6 g/cm³.

Conclusion

Le polypropylène est un matériau largement utilisé dans plusieurs secteurs industriels grâce à ces propriétés intéressantes ; et la possibilité de les faire varier largement en le copolymérisant de différentes manières et en lui ajoutant des charges et des renforts.

L'un des rôles de la matrice est de protéger le renfort de l'humidité qui engendre le vieillissement du composite et puis sa dégradation. Le suivant chapitre présente le vieillissement hygrothermique des composites à matrice organiques.

CHAPITRE III :

*vieillissement hygrothermique des
polymères et des composites*

Le vieillissement désigne toute altération des propriétés d'un polymère ou composite au cours du temps. Il peut être le fait de plusieurs contraintes externes : la température, l'humidité (eau) ou autres liquides, les rayonnements ultra-violet (U.V) ou radiochimiques, les contraintes mécaniques,...

La majorité des matériaux que nous utilisons sont exposés à l'humidité (eau). L'effet de l'eau sur les métaux (corrosion) est connu depuis longtemps, mais l'effet d'un milieu humide sur les polymères ou matériaux composites c'est une nouvelle problématique qui n'est pas beaucoup connue, parce que cet effet se manifeste d'une façon plus susceptible et à long terme.

Ce chapitre est consacré pour montrer l'aspect théorique sur la diffusivité de l'eau dans les matériaux composite à matrice polymère et les mécanismes de vieillissement et ses conséquences sur la dégradation des matériaux.

III.1.processus de diffusion

III.1.1. Diffusion Fickienne

En 1865, Adolf Fick a établi des fondements de la diffusion, inspiré de la loi de Fourier pour la chaleur (établies en 1822). En 1905, Albert Einstein a démontré les lois de Fick avec ses travaux sur la loi stochastique. [3]

Première loi de Fick

Le modèle le plus simple pour la diffusion d'un solvant (espèce diffusante) dans un solide est celui donné par la loi de Fick. Le gradient de concentration du solvant induit un flux φ qui lui est proportionnel, c'est donc le moteur de la diffusion. La vitesse de diffusion est caractérisée par le coefficient de diffusion D . la première loi de Fick est donnée par l'équation (III.1) : [14,16]

$$\vec{\varphi} = -D \overrightarrow{\text{grad}C} \quad (\text{III.1})$$

Où :

D : coefficient de diffusion de milieu en mm^2/s

C : concentration de solvant au sein du milieu en mol.m^{-3}

φ : flux de matière

Le signe négatif indique que le flux est dirigé des zones à concentration élevées vers celle à concentration plus faible.

Deuxième loi de Fick

La seconde loi de Fick fait intervenir le temps. On considère que l'eau pénètre librement et sans interaction avec les composants. Elle combine la loi de conservation de la masse avec la première loi de Fick. La conservation de la masse est donnée par l'équation (III.2).[13,14]

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(\vec{\phi}) \quad (\text{III.2})$$

La seconde loi de Fick est donnée par l'équation (III.3).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-D.\vec{\text{grad}}C) \quad (\text{III.3})$$

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle (suivant \mathbf{x}), et que \mathbf{D} est indépendant de la concentration le flux de matière est donné par l'équation (III.4) :

$$\vec{\phi} = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (\text{III.4})$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (\text{III.5})$$

En fait la diffusion fickienne est caractérisée par deux paramètres :

- ✓ Un coefficient de diffusion \mathbf{D} indépendant du temps et de l'espace, ainsi que de la concentration en molécules d'eau.
- ✓ Un seuil d'absorption d'eau asymptotique \mathbf{M}_s atteint pour un temps infini correspond à l'équilibre et s'exprime généralement en pourcentage. Il caractérise le gain de masse.

La solution de l'équation de diffusion (III.5) nécessite la connaissance de la géométrie du milieu ainsi que l'ensemble des conditions aux limites. En 1983, Crank a établi des solutions analytiques de ces équations pour des géométries et des conditions aux limites variées. Pour nous, la diffusion dans les plaques minces est la plus intéressante parce que les matériaux composites sont élaborés le plus souvent sous forme de plaque.[15,14]

Diffusion dans une plaque mince

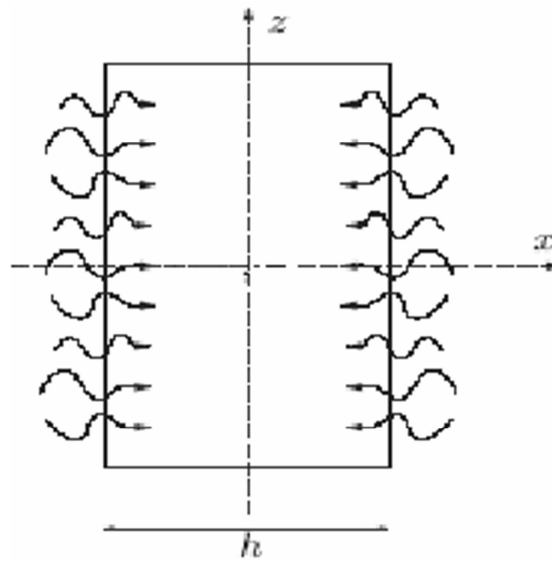


Figure III.1 : diffusion dans une plaque mince

Si on considère une plaque mince d'épaisseur h (figure III.1), au sein de laquelle diffuse le solvant, initialement à la concentration C_0 , et dont les surfaces sont gardées à la concentration uniforme C_1 , alors l'évolution spatiale et temporelle de la concentration de solvant est donnée par la relation (III.6) [13,15]. Par résolution de l'équation différentielle (III.5) grâce aux transformées de Laplace

$$\frac{C - C_0}{C_1 - C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)} \cdot \exp\left(-D \cdot \frac{(2n+1)^2}{h^2} \pi^2 \cdot t\right) \cdot \cos\left(\frac{(2n+1)\pi}{h} x\right) \quad (\text{III.6})$$

Avec :

D : coefficient de diffusion

x : distance à partir du plan central de la plaque, suivant l'épaisseur

t : durée du vieillissement

h : épaisseur de la plaque

C₀ : concentration initiale du solvant (homogène) à l'intérieur de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon sec au départ, **C₀** est nulle

C₁ : concentration du solvant à la surface de la plaque

C : concentration du solvant à l'intérieur de la plaque

La masse totale d'eau **Mt** dans le matériau à un instant t est obtenue par intégration de la variable **C** sur l'épaisseur du matériau (équation III.7), et sur une aire A soumise au flux :

$$M_t = \int_0^h A \cdot C(x,t) dx \quad (III.7)$$

Si l'on note M_t la masse d'eau absorbée après un temps infini, l'équation (III.6) s'écrit alors :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \cdot \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2}{h^2} \pi^2 t\right) \quad (III.8)$$

C'est généralement cette équation qui est la base des modèles de cinétique de diffusion. La considération du paramètre M_t est intéressante puisque ce dernier correspond à la masse d'eau absorbée à un instant donné de vieillissement, et dont la mesure est accessible expérimentalement par pesée. Il permet donc une comparaison directe entre mesure expérimentale et simulation numérique.[13,15]

Une représentation schématique de la courbe $\frac{M_t}{M_s} = f(\sqrt{t})$ est donnée par la figure (III.2).

C'est une fonction linéaire en début d'absorption et qui s'incurve au moment de la saturation, quand le matériau se met en équilibre avec l'environnement.

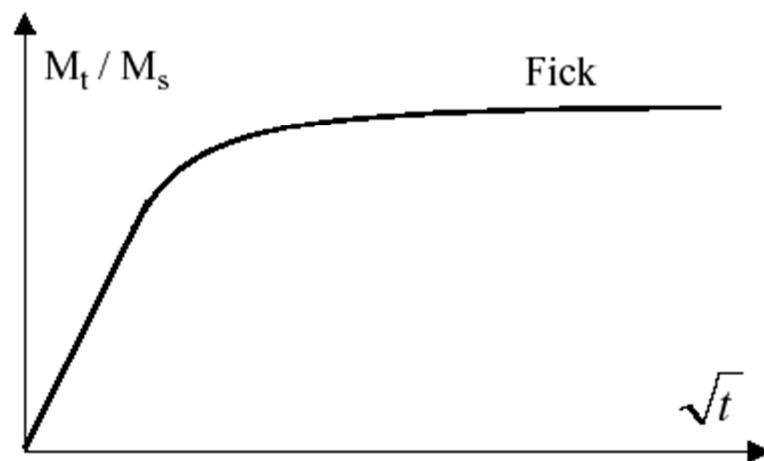


Figure III.2 : courbe d'absorption fickienne

Il est parfois utile, notamment pour la détermination des paramètres de diffusion, de considérer des expressions simplifiées aux temps courts ou aux temps longs :[13,14]

- ✓ Lorsque $M_t/M_s < 0,5$ (temps courts), l'équation (III.8) devient approximativement celle définie par l'équation (III.9):

$$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (III.9)$$

- ✓ Lorsque $M_t/M_s < 0,6$ (temps longs), l'équation (III.8) devient approximativement celle définie par l'équation (III.10) :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \cdot \exp\left(-\frac{D\pi^2 t}{h^2}\right) \quad (\text{III.10})$$

Il existe aussi des résolutions approchées telle celle de Shen et Springer, qui proposent une expression simplifiée de l'équation (III.8) par l'équation (III.11) [14].

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \exp\left(-7,3\left(\frac{D.t}{h^2}\right)^{0,75}\right) \quad (\text{III.11})$$

Des essais expérimentaux permettent de tracer des courbes similaire à celles de la figure

(III.2). Il est alors possible de connaître M_s et d'accéder aux coefficients de diffusion D .

Influence de la géométrie sur la diffusion

Les échantillons habituellement utilisés en laboratoire n'ont pas une longueur et une largeur infiniment grandes devant leurs épaisseurs si bien qu'un facteur correctif doit être introduit. La correction prend en compte l'eau qui pénètre par les faces latérales de l'échantillon à l'aide d'un coefficient β dépendant de la géométrie de l'échantillon valable pour un faible taux d'absorption donné par la formule (III.12). [3,15]

$$\beta = 1 + \frac{h}{b} + \frac{h}{l} \quad (\text{III.12})$$

Avec, b et l sont respectivement la largeur et la longueur de l'échantillon et h est l'épaisseur.

L'équation de correction du coefficient de diffusion D est : $D_{\text{reel}} = D_{\text{abs}} \cdot \beta$

La relation (III.9) s'exprime alors de la manière définie par l'équation (III.13) :

$$\frac{M_t}{M_s} = \beta \frac{4}{h} \sqrt{\frac{D.t}{\pi}} \quad (\text{III.13})$$

Les lois de Fick permettent donc, à partir d'une hypothèse physique simple, de calculer les cinétiques de diffusion à l'aide de deux paramètres accessibles expérimentalement. Cette simplicité explique leur très large utilisation pour la modélisation des transports d'eau dans les polymères et composites.

III.1.2. Influence des conditions d'exposition à l'eau

III.1.2.1. Influence du taux d'humidité sur la concentration d'eau

En milieu atmosphérique, la concentration d'eau à l'équilibre dans le polymère M_s (prise en masse à saturation) est une fonction croissante de l'hygrométrie relative $HR(\%)$, donnée par la relation (III.14). [14,16]

$$M_s = a (HR\%)^b \quad (III.14)$$

Avec :

a : une constante dépendante de la nature du polymère et de la température.

b : un exposant généralement voisin de 1 pour les composites (sauf complication liée à une démixation), et varie entre 1,3 et 1,8 pour les résines.[16]

Pour les matériaux émigrés dans un liquide la prise en masse à saturation est liée au potentiel chimique de l'eau, elle diminue lorsque la concentration en solutés augmente.

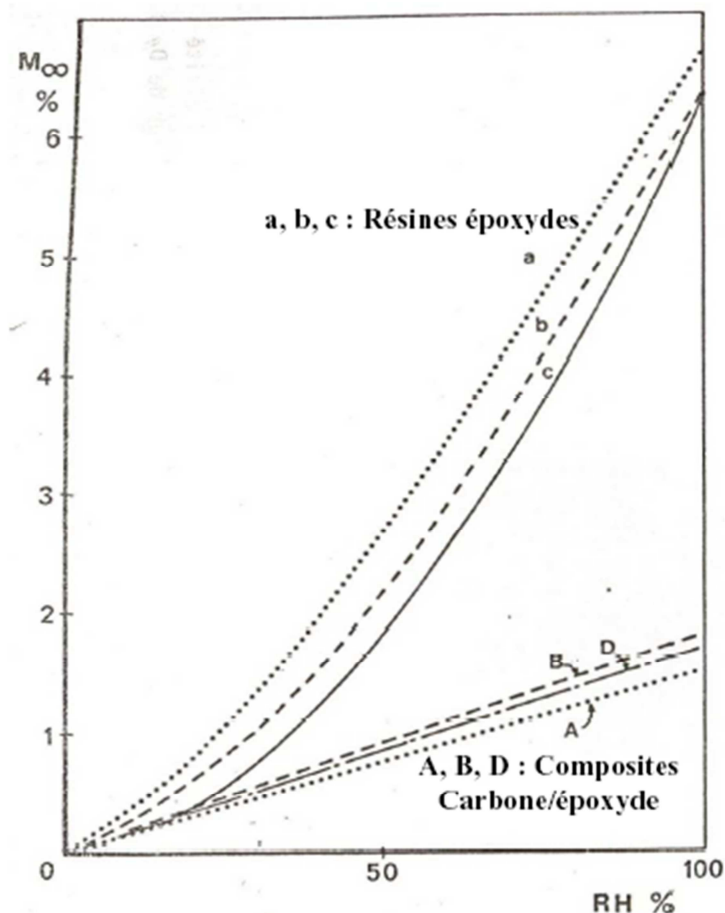


Figure III.3: niveau de saturation en eau de divers matériaux composites en fonction du degré d'humidité $HR\%$

III.1.2.2. Influence du taux d’humidité sur le coefficient de diffusion

Le taux d’humidité relatif n’a pas une influence sur la valeur de coefficient de diffusion D (D est indépendant de (HR %)).[14,16]

III.1.2.3. Influence de la température sur le coefficient de diffusion

En pratique, le coefficient de diffusion varie avec la température : La pente initiale des courbes d’absorption augmente avec la température. Ainsi, le coefficient de diffusion d’eau D, augmente assez vite avec la température, et généralement selon la loi d’Arrhenius exprimée par la relation (III.15) :[6,14]

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \tag{III.15}$$

Avec :

E_a : énergie d’activation souvent de l’ordre de 30 à 60 KJ. Mol⁻¹,

D₀ : constante (indice perméabilité),

T : température d’essai(K),

R : constante des gaz (r= 8,314 J mol⁻¹ K⁻¹,

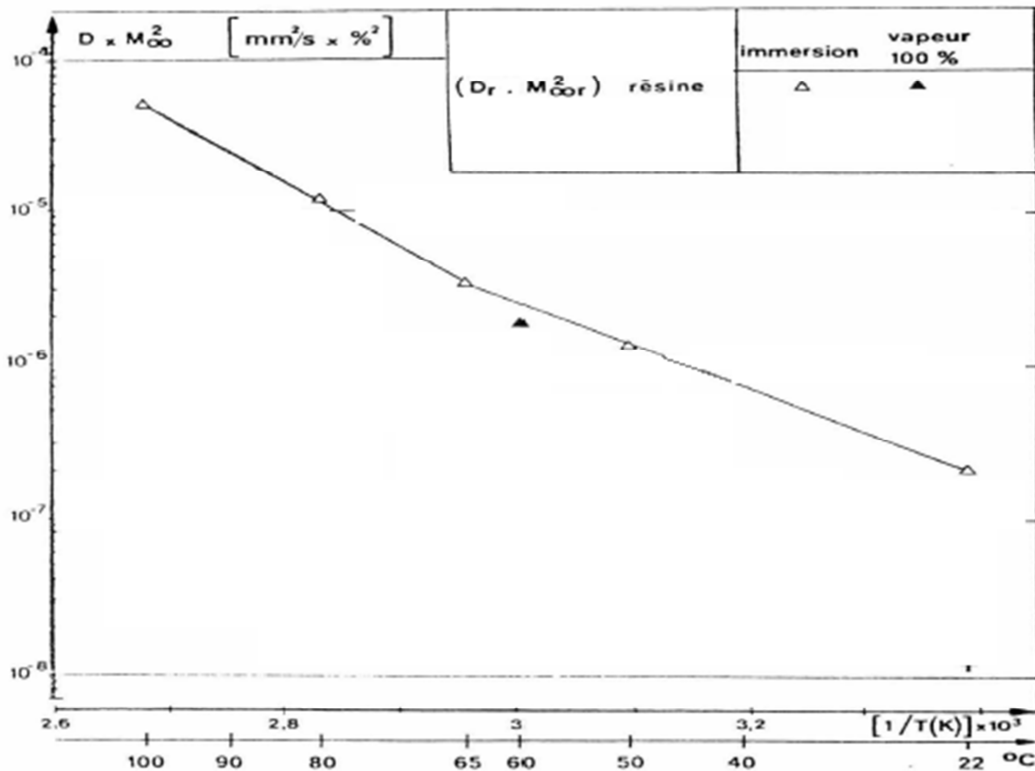


Figure III.4 : Lois d’Arrhénius des coefficients de diffusion de résine epoxy vieilli en immersion ou en milieu humide à différents températures (échantillons d’épaisseur 2mm)

III.1.2.4. Influence de la température sur la concentration en eau

L'élévation de la température va favoriser les phénomènes de prise d'eau brutale et éventuellement de la perte de matière. Il est cependant difficile de donner une température critique à partir de laquelle sont observés ces phénomènes. Cela dépend en particulier de la nature de matière.[14]

III.1.3. Influence de la présence du renfort sur la diffusion

La cinétique d'absorption d'eau peut être différente selon la nature du renfort. Dans le cas de composites renforcés par des fibres de verre, celles-ci peuvent être des obstacles à la diffusion de liquide en diminuant le coefficient de diffusion et le taux d'absorption à l'équilibre ou, au contraire, accélère la diffusion de liquide en raison de l'existence de décohésion importante à l'interface fibre/matrice. [17]

III.1.4. Mécanisme de diffusion de Langmuir

Ce modèle est assez souvent utilisé dans le cas des composites. Il considère qu'une partie des molécules diffusent librement dans le volume libre accessible, alors que l'autre est fortement liée à des sites particuliers. [13, 18]

Dans un élément de volume à l'instant t , il y a n molécules libres de diffusivité D dans la matrice et (N) molécules liées. A l'instant $t+dt$, les molécules libres peuvent être piégées avec une probabilité α , et les molécules liées peuvent être libérées avec une probabilité β . en utilisant le système d'équation différentiel on peut écrire les équations (III.16) et (III.17) suivantes : [13, 18]

$$\frac{\partial n}{\partial t} = D \frac{\partial^2 n}{\partial x^2} - \frac{\partial N}{\partial t} \quad (\text{III.16})$$

Où :

$$\frac{\partial N}{\partial t} = \beta n - \alpha N \quad (\text{III.17})$$

Le modèle fickien est un cas particulier du modèle de Langmuir en appliquant $\beta=0$ et $\alpha=1$.

La figure (III.3) ci-après montre l'absorption d'eau contenant un excès de groupements époxydes. Cette courbe suit le modèle de diffusion de Langmuir.[18]

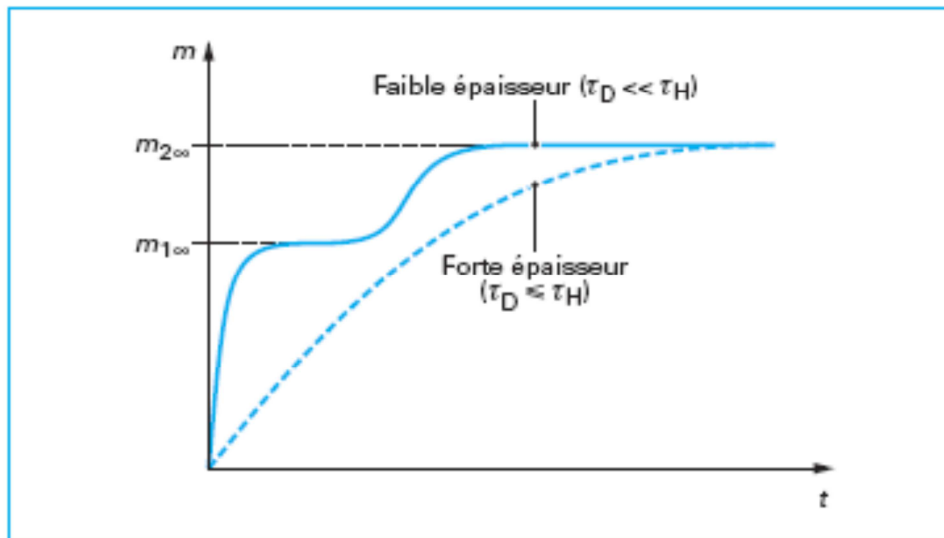


Figure III.5 : allure des courbes d'absorption d'eau contenant un excès de groupement époxy

Description de la courbe :

- **1^{er} cas : faible épaisseur :**
Si l'échantillon est suffisamment mince, la diffusion est plus rapide que la fixation d'eau par l'hydrolyse et les deux phénomènes (diffusion et réaction) apparaissent découplés. La prise de masse atteint d'abord un palier $m_{1\infty}$ correspondant à la solubilité de l'eau dans la matrice. Ensuite, la réaction époxyde-eau se traduit par un deuxième palier $m_{2\infty}$. On notera que le nombre de groupements époxydes ayant réagi avec l'eau est : $(m_{2\infty} - m_{1\infty})/18 \text{ mol/gr}$
- **2^{eme} cas : forte épaisseur :**
Si l'épaisseur de l'échantillon est trop grande, alors la réaction devient plus lente que la diffusion, on n'observe pas de palier.

si on compare les deux courbes de diffusion Fickienne et Langmuir, on remarque que ces courbes ont une partie linéaire dont la pente nous permet de déterminer le coefficient de diffusion D tel que :[13]

$$D = p \frac{l^2}{m\infty^2}$$

Avec p : pente de la courbe

III.1.5. Diffusion non fickienne

Dans certains cas, la diffusion ne peut pas être modélisée par le processus fickien cité précédemment. La figure (III.6) montre les courbes schématisées des différents cas rencontrés dans la littérature.[14]

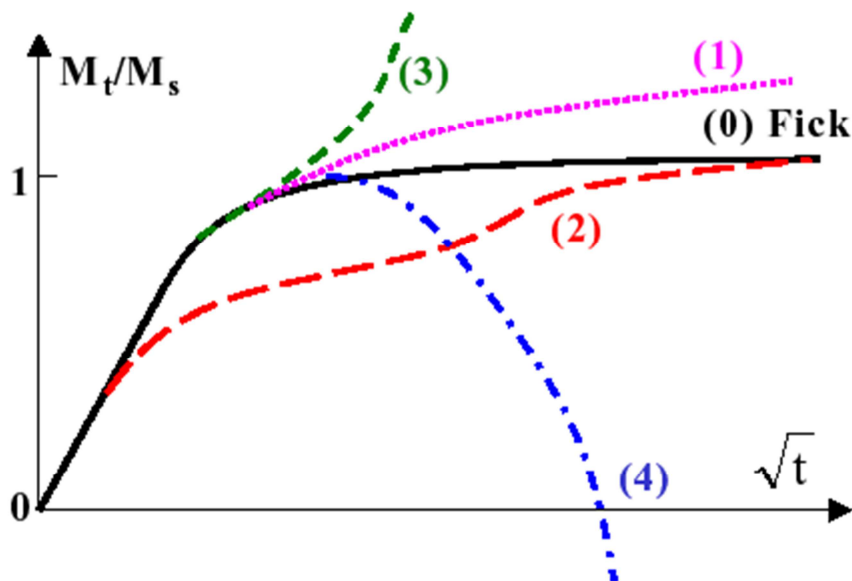


Figure III.6 : courbes schématiques de quatre catégories de cinétique d'absorption d'eau non fickienne

- La courbe (0), correspond au comportement fickien.
- La courbe (1), caractérisée par une augmentation continue de la prise de poids, correspond au cas « pseudo- fickien » couramment rencontrée. l'équilibre n'est jamais atteint.
- La courbe (2) représente une cinétique de type Langmuir.
Le principe de Langmuir est le suivant : les molécules se déplacent selon la loi de Fick mais elles sont capturées de temps en temps par des sites particuliers et retenues pour une certaine durée par ces sites.
- La courbe (3), correspond à une accélération rapide de l'absorption d'eau, qui est généralement accompagnée de déformation importante et d'endommagement au sein du matériau.
- Enfin la courbe (4), présente une perte de poids du matériau après une certaine durée de vieillissement. Ce cas de figure peut être attribué à des dégradations physiques ou chimiques ou à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymères et évacués dans le solvant, ce qui explique la perte de matière et la baisse de la masse globale, malgré l'absorption d'eau.

En raison de la grande variété de structures moléculaires des polymères, et de la diversité des structures en composites à matrices organiques, il est difficile de suggérer des causes spécifiques pour les différents cas évoqués ci-dessus. Cependant, la synthèse des données de la littérature suggère que les cas (0) et (2), où le matériau parvient à une saturation en eau vis-à-vis du milieu environnant, se produisent généralement pour des conditions peu sévères : vieillissement en humidité relative ou en immersion à faible température. Les cas (3) et (4) correspondent eux, plus fréquemment, à des processus d'absorption dans des conditions plus sévères, en immersion, à des températures élevées et parfois sous des contraintes externes élevées. Il sont plus fréquents pour les composites que pour les résines pures.[14]

II.2. Hydrophilie -absorption d'eau

L'hydrophilie est jugée d'après la valeur de la concentration à l'équilibre de l'eau dans le matériau placé en atmosphère saturée ou immergé dans l'eau distillée.[6]

Dans la littérature, on trouve en général deux approches du mécanisme d'hydrophilie, qui peuvent être combinées : l'approche « volumique » et l'approche mettant en jeu des interactions entre polymère et molécule d'eau. [14]

La première approche est la théorie de volume libre selon laquelle les molécules d'eau migrent vers les espaces libres du matériau (cavités) (figure III.7). Les espaces libres comprennent les espaces entre les macromolécules entremêlées du polymère et les espaces dans les zones interfaciales entre les constituants du matériau. La diffusion d'eau dépendra de la quantité de cavités ainsi que de leurs dimensions. Les molécules d'eau se déplacent d'un site à l'autre avec une énergie d'activation E_a . [20]

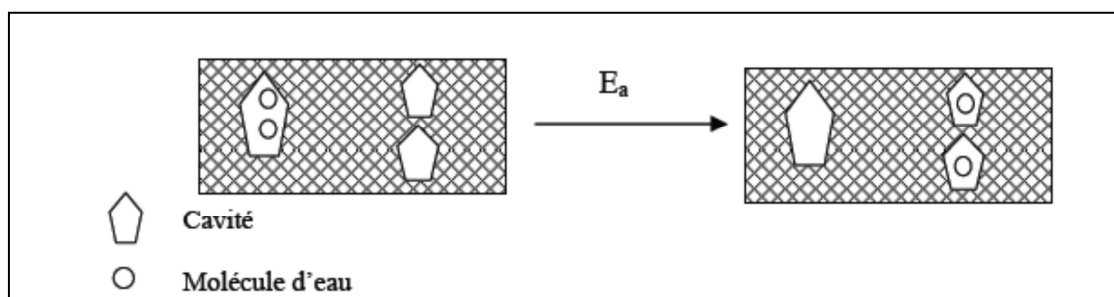


Figure III .7 : théorie volume libre

La seconde est une approche moléculaire ou la présence de site polaire dans les chaînes de polymère.

Selon cette théorie, le matériau qui possède de nombreux sites hydrophiles, se lie doublement (et parfois triplement) avec chaque molécule d'eau par l'intermédiaire de liaisons hydrogènes (figure III.8). La diffusion se ferait alors d'un site à l'autre, par un phénomène de piégeage-dépiégeage (la molécule doit se dépiéger d'un site et puis migrer pour se trouver de nouveau piégée sur un autre site). [20]

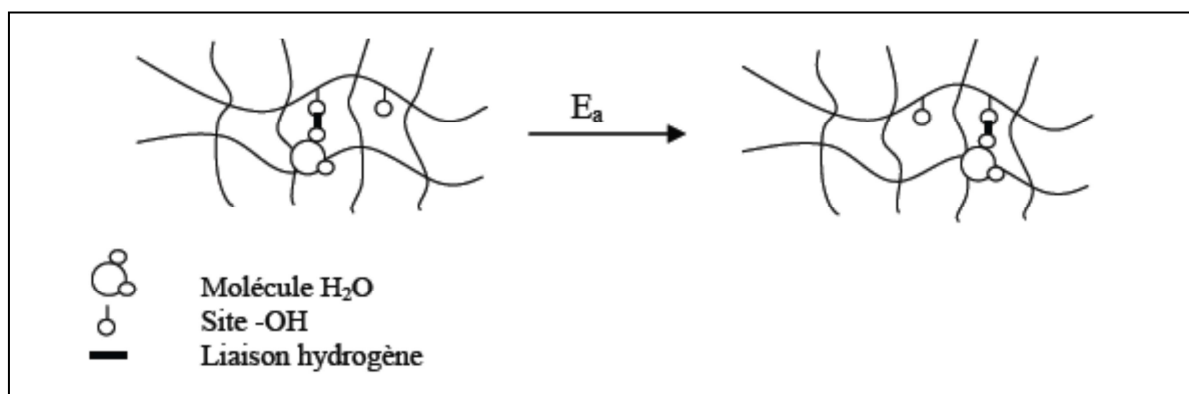


Figure III.8 : théorie moléculaire

Malgré diverses tentatives d'utilisation de la théorie de volume libre ou du concept d'additivité molaire, il n'existe pas à l'heure actuelle de théorie fiable pour prédire l'hydrophilie avec précision.[6]

- 1^{ère} catégorie : hydrophilie nulle ou très faible : tous les groupements hydrocarbonés et/ou halogénés contenus dans les polymères comme : le polyéthylène (PE), le polypropylène (pp),.....Ils absorbent généralement moins de 0,2% d'eau.
- 2^{ème} catégorie : hydrophilie modérée : groupements polaires non donneurs de H dans les liaisons hydrogènes (éthers, cétones esters) contenus dans le polyester et le polycarbonate par exemple. Ils absorbent généralement entre 0,5% et 2% d'eau.
- 3^{ème} catégorie : hydrophilie élevée : groupements polaires donneurs de H_ dans les liaisons hydrogènes (alcools, acides, amides) contenus dans les polyamides par exemple. Pour les matrices des composites, la quantité d'eau absorbée dépasse rarement 7%.

III.3.Mécanisme de vieillissement

La présence d'eau en milieu environnant un matériau composite à matrice organique (CMO) est le facteur majeur conduisant à dégradation physico-chimique par vieillissement.

- le vieillissement physique « pure » : il est réversible de point de vue gravimétrique. Ce phénomène se traduit par les effets de gonflement et de la plastification de la matrice par l'eau.
- vieillissement chimique : liée à sa la dégradation hydrolytique de la matrice ou de l'interphase.

III.3.1.Vieillessement physique

On appel vieillissement physique tous processus conduisant à une altération des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y'ait modification de la structure chimique. [18]

Pour un polymère (qui forme la matrice d'un composite à matrice organique) le vieillissement physique est liée uniquement à des causes internes au matériau, c'est-à-dire, au fait que le matériau soit, au terme de sa mise en œuvre, dans un état thermodynamique instable (déséquilibre thermodynamique).

Le vieillissement physique résulte donc d'une évolution plus ou moins lente vers un état plus stable. [15]

Dans le cas de vieillissement d'un composite par l'absorption du liquide (eau dans la majorité des cas), l'étape de vieillissement physique est associée à la diffusion du liquide au sein de la matrice et de l'interface fibre/matrice.[16]

Les deux principales conséquences de l'absorption d'un solvant sont la plastification et le gonflement du matériau.

III.3.1.1. plastification

La plastification apparait lorsque les molécules des solvants (eau par exemple) s'introduisent dans le réseau macromoléculaire (figure III.9). Ceci produit des désordres qui affaiblissent, voir même détruisent, les liaisons secondaires (van der waals ou liaison hydrogène) entre chaines, responsables de cohésion du matériau. Ainsi en détruisant les liaisons secondaires du polymère, l'eau diminue la cohésion mécanique et augmente la mobilité moléculaire.

Théoriquement, une plastification pure est réversible. En réalité, elle induit des réarrangements internes. Ces phénomènes se retrouvent souvent lorsque le matériau possède des chaines de faible masse moléculaire ou lorsqu'il a un taux de cristallinité bas. [13]

La plastification est caractérisée par une modification des propriétés mécaniques (généralement les modules d'Young et de cisaillement) de matériau, qui se traduit par une baisse de la température de transition vitreuse. [13]

La plastification transforme le matériau rigide en matériau plus flexible. [5]

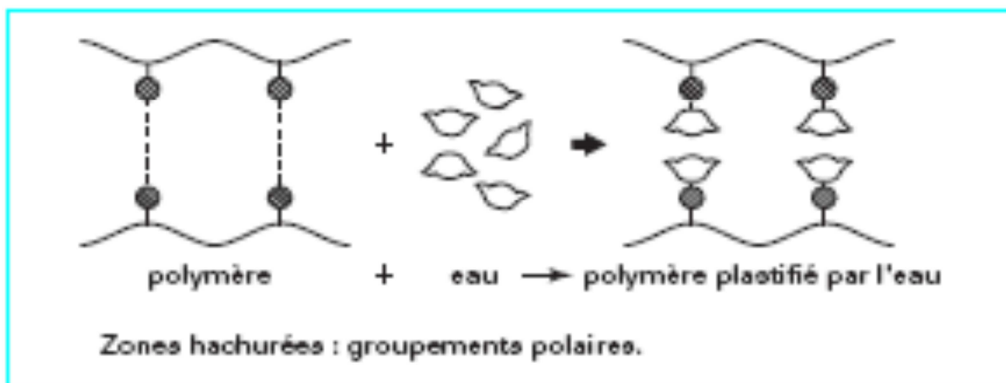


Figure III.9 : effet de plastification dans une macromolécule

II.3.1.2. le gonflement

La plastification s'accompagne d'un autre phénomène qui est le gonflement. Lorsqu'un solvant pénètre dans un polymère, son volume tend à s'additionner à celui de se dernier, il ya donc gonflement. Les molécules s'insèrent entre les chaines et tendent à écarter ces dernières les unes des autres (figur III.10). [19]

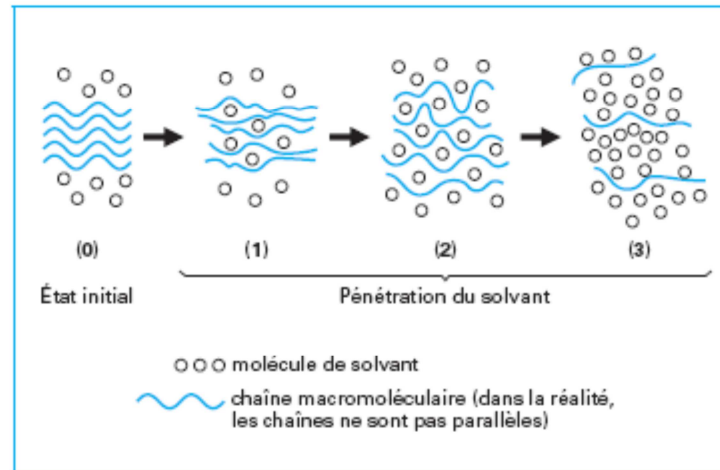


Figure III.10 : schématisation de la pénétration d'un solvant dans un polymère

Le gonflement est susceptible de provoquer des modifications de structure interne lorsqu'il existe des hétérogénéités qui induisent des contraintes entre zones plus ou moins gonflés. Ces zones peuvent être amorphes (relativement accessible), ou cristallines (relativement impénétrables), [13] cela peut se produire aussi entre la zone absorbé de l'eau et la zone qui n'est pas encore absorbé, avant d'atteindre la saturation. [17] c'est le gonflement différentiel.

Dans le cas des composites à renfort fibreux du type verre ou carbone, la fibre minérale n'absorbe pas d'eau, il ya donc gonflement différentiel et développement de contraintes importantes à l'interface fibre-résine. A terme, si l'adhésion n'est pas suffisante, ces contraintes vont entraîner des décohérences et l'apparition d'un vide à l'interface.

L'eau pénétrant dans le matériau va donc utiliser ce vide pour migrer rapidement au sein de la pièce, ce qui accélère sa ruine. [16]

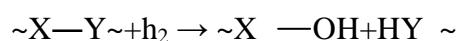
III.3.2. Vieillessement chimique

Le vieillissement chimique concerne tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau. Ce vieillissement se superpose très souvent au vieillissement physique et les deux phénomènes interférents. [21]

Dans le cas du vieillissement humide, il est lié à la dégradation hydrolytique du matériau.

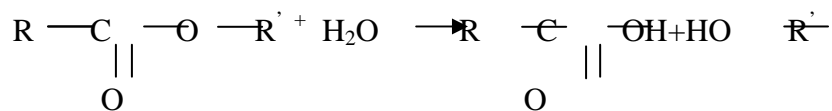
Les effets de l'hydrolyse se produisent, lorsque, au cours de l'absorption, les molécules d'eau peuvent remplacer les liaisons hydrogènes déjà existantes par des liaisons hydrogènes entre l'eau et le polymère. Le résultat de ses interactions chimiques à long terme est la dégradation de la résine et de l'interface. [15]

L'hydrolyse est une réaction activée par une élévation de température. Elle est susceptible d'être catalysée par des agents chimiques divers : ions H^+ , OH^- , métaux de transition, etc., d'où l'importance de la composition du milieu réactionnel sur le vieillissement. [16] cette réaction peut être schématisée comme suit :



Pour qu'un polymère subisse l'hydrolyse, il faut que sa structure comporte des groupements hydrolysables dont les principaux sont les suivants :[16]

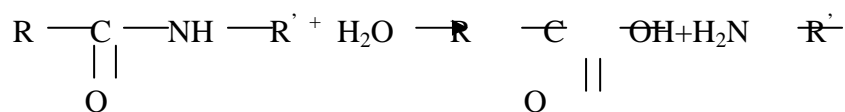
• **Groupe Ester :**



On le trouve dans :

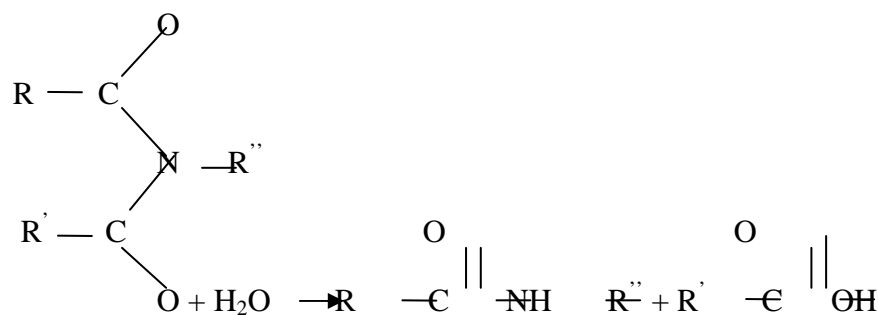
- ✓ les polyesters linéaire linéaires [poly-(éthylènetéréphtalate), poly-(butylènetéréphtalate), polycarbolactone, polycarbonate et polyesters aromatique thermostables] ;
- ✓ les polyesters tridimensionnels [polyesters insaturés, poly(phtalate de diallyle), résines alkydes,etc.] ;
- ✓ les polyuréthanes-polyesters ;
- ✓ les polyépoxy réticulés par des anhydrides.

• **Groupe Amide**

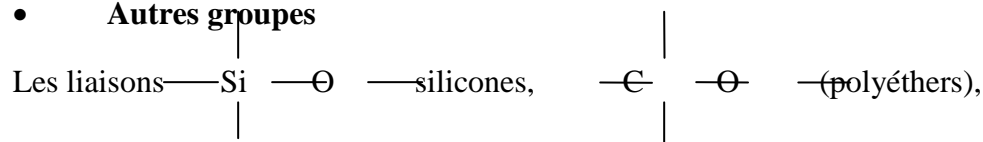


on le trouve dans les polyamides et les poly(amides-imides).

• **Groupe Imide**



• **Autres groupes**



et $-NH - \underset{\begin{array}{c} || \\ O \end{array}}{C} - O -$ (polyuréthanes) sont également réactives, mais à un degré

moindre que précédentes. on n'observe leurs hydrolyse que dans des conditions sévères [température élevé, catalyseurs (acide par exemple pour les polyéthers)].

Quand la réaction d'hydrolyse modifie les groupements latéraux les conséquences mécaniques sont négligeables, mais quand il modifie le squelette de la macromolécule, l'hydrolyse conduit une rupture du squelette, ce qui entraîne une fragilisation du matériau. [6]

Endommagement induit par le phénomène d'osmose

Dans certains cas, l'hydrolyse conduit non seulement à des coupures de chaînes, mais également à la libération de petites molécules solubles dans le matériau conduisant à des phénomènes d'osmose (III.11). Les composites à matrice organique (CMO) sous l'effet de la pression osmotique développe des cloque ce qui conduit à des phénomènes de délaminage du composite. [22]

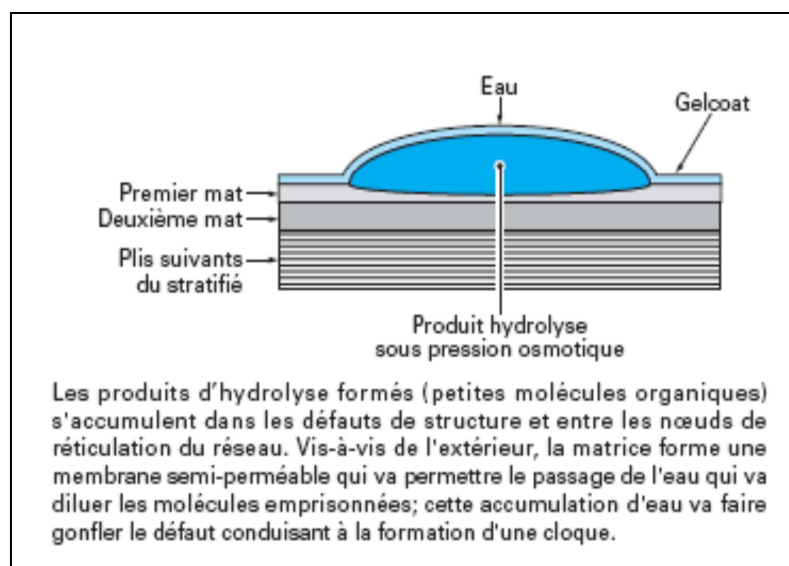


Figure III.11 : phénomène d'osmose dans un CMO polyester insaturé

III.4.Site de dégradation du composite

Le caractère composite joue un rôle non négligeable dans la diffusion ; il rend le comportement à long terme d'un composite à matrice organique dépendant de la nature de chaque phase individuelle et des deux combinées.

III.4.1. La matrice

Dans un composite, de façon générale, la phase principal de l'absorption d'eau est la matrice : les comparaison entre matrice pure et composite à matrice organique ont montré que l'absorption d'eau par le dernier est sensiblement proportionnelle à la fraction massique de la matrice.[6] ainsi le premier élément responsable de la dégradation par vieillissement humide est la matrice.

La dégradation de la matrice dans un milieu humide est liée à la nature de la composition chimique du matériau qui la constitue 'c'est ce qu'on voit dans le paragraphe : (mécanisme de vieillissement). Comme exemple on cite la résine thermoplastique polypropylène qui a bon comportement vis-à-vis de l'humidité, contrairement à la résine thermodurcissable polyester qui se dégrade facilement en présence de la vapeur ou de l'eau bouillante d'où la nécessité de mettre une couche de « gel-coat ».[1]

III.4.2. Les fibres

Les composites à matrice organique peuvent être renforcés par des fibres organiques, de carbone ou de verre.

Les fibres organiques sont susceptibles de subir les mêmes mécanismes de dégradation que les matrices de mêmes natures. Par contre les fibres de verre ou de carbone en elles-mêmes sont peu concernées par le vieillissement à l'échelle de la durée de vie du composite à matrice organique, parce qu'elles sont protégées par un agent de couplage et par la résine. En milieu humide, la sensibilité de ce type de fibres se situe à leurs interfaces : les fibres n'absorbent pas d'eau et un gonflement différentiel se produit lorsque la matrice absorbe. [21]

III.4.3.L'interface

L'interface entre les fibres et la matrice est très souvent un lieu privilégié de la dégradation tel que, la décohésion de l'interface pouvant conduire à la rupture du matériau.

Dans le cas de composites renforcés par des fibres de verre, la nature de traitement de surface joue un rôle très important sur la résistance au vieillissement en contact des liquides, parce que c'est l'ensimage des fibres qui est responsable d'assurer une bonne liaison mécanique entre la fibre et la matrice.

III.4.4. L'interphase :

Rappelons qu'un composite à matrice organique comporte une troisième phase qu'on appelle interphase, qui se résulte de l'interpénétration de l'agent de couplage dans la matrice au cours de la polymérisation. La dégradation de l'interphase se produit par le vieillissement chimique [6], tel que, lorsque le matériau est proche de la saturation, une destruction des liaisons chimiques au voisinage du renfort se produit, les molécules extraites diffusent dans la matrice, puis dans le milieu environnant, et donc une apparente augmentation de l'épaisseur de l'interphase (Figure III.12)

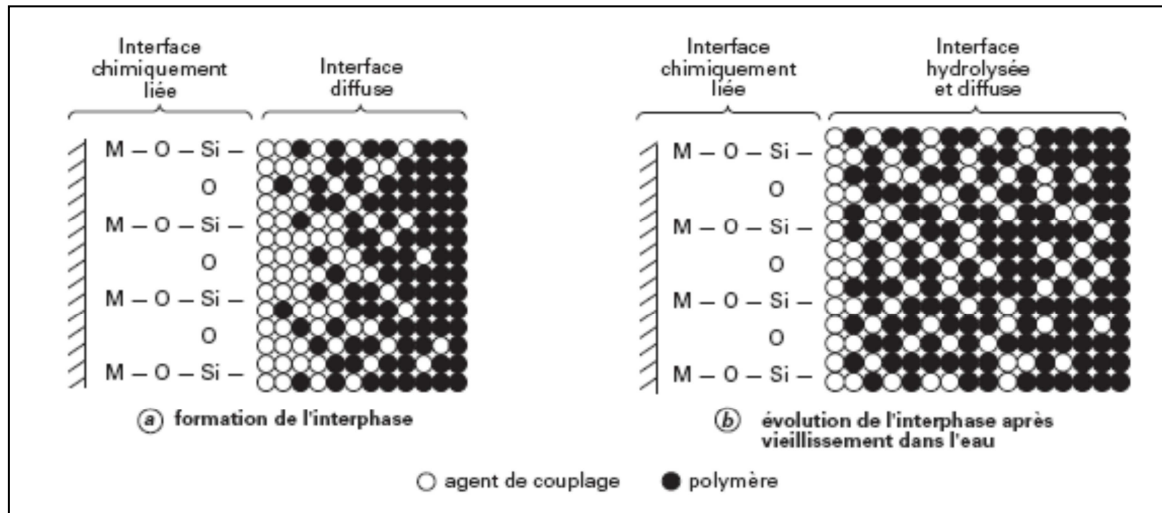


Figure III.12 : modèle de formation de l'interphase pour un composite verre traité silane/polymère

Conclusion :

La diffusion de l'eau dans un composite à matrice organique dépend essentiellement de la matrice et de l'interphase. Les deux paramètres de diffusion D et W_s vont nous permettre de prédire le comportement à long terme du matériau et sa durée de vie.

Le vieillissement d'un composite à matrice organique engendré par l'absorption d'eau peut être le fait de divers dégradations physique ou chimique, ou les deux en même temps.

Pour mettre en place le comportement d'un matériau sous l'effet de contraintes environnementales ou mécaniques plusieurs moyens et méthodes sont disponibles. L'essentiel de ces méthodes sont mises au point dans le chapitre suivant.

CHAPITRE IV :

*Méthodes de caractérisation d'un
matériau composite*

Les méthodes utilisées pour caractériser les polymères sont quelque fois non adaptées aux matériaux composites ou sont pas suffisantes.

Dans ce chapitre on va aborder quelque de ses méthodes. On commence par les méthodes d'analyse de la structure du composite, puis on passe aux essais mécaniques, et en fin on cite les méthodes d'étude de vieillissement hygrothermique.

IV.1.Méthodes d'analyse physique de la structure de composite

Pour déterminer les caractéristiques du matériau à étudier, on doit faire une analyse de sa structure par la détermination de taux de fibres et charges et le taux de porosité.

IV.1.1.Détermination du taux de renfort

En fonction de la nature des charges et renforts présents au sein des matériaux composites, le taux de renfort peut être déterminé de différentes manières. Pour les fibres de verre la méthode la plus courante est la calcination (perte à feu). [5]

la pesé de l'échantillon avant et après passage au four permet de :[23]

- ✓ mesurer le taux massique de charge non volitif à la température d'essai, donc le taux de verre massique. s'il n'y a pas d'autres charges, minéraux pulvérulentes, par exemple ;
- ✓ identifier chaque couche (tissus, mats, stratifils unidirectionnels), d'en mesurer la masse au m^2 , et l'orientation ;
- ✓ de séparer les charges pulvérulentes minérales ;
- ✓ définir le degré d'homogénéité du composite en utilisant des échantillons de volumes différents, prélevés en plusieurs points.

IV.1.2.Taux de porosité (taux du vide)

À partir de la détermination du taux du renfort et de la masse volumique, on peut calculer le taux de porosité dans un matériau composite.

Plusieurs méthodes sont disponibles. On peut citer les méthodes non destructives telles que la méthode des Ultrason et la radiographie.

- **Méthode des ultrasons**

Cette technique est basée sur la mesure de la vitesse de phase d'une onde de volume plane se propagent à travers le matériau. Cette vitesse est reliée au taux de porosité.

- **Mesure par radiographie**

Cette méthode consiste généralement à imprégner l'échantillon d'une substance opaque aux rayons X, qui diffuse dans les porosités du matériau composite, puis à le radiographier. L'absorption et la diffraction des rayons X par les différentes phases du matériau permettent de détecter la porosité.

IV.2.Essai mécaniques

IV.2.1.L'essai de traction

L'essai de traction est le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau. Il consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction jusqu'à rupture (figure IV.1).

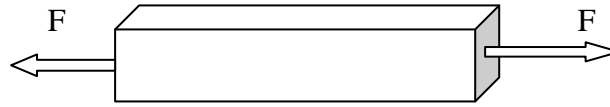


Figure IV.1: principe de l'essai de traction

Cet essai permet de déterminer les caractéristiques suivantes :

- ✓ Contrainte ou allongement à la rupture ou au seuil d'écoulement ;
- ✓ Module d'élasticité à l'origine (module de Young) ;
- ✓ Contrainte spécifique (seuil d'écoulement pour les matières plastiques au comportement ductile par exemple) ;
- ✓ Coefficient de poisson.

Quand le matériau testé est un composite, il faut prendre un certains nombres de précautions [5]:

- ✓ Soigner le plan de découpe lorsque le matériau est unidirectionnel ;
- ✓ Soigner l'usinage des éprouvettes pour ne pas endommager la matière (risque de délaminage) ;
- ✓ coller des tallons pour éviter la rupture dans les mors de serrage.

IV.2.2.L'essai de flexion

L'essai de flexion est un test mécanique statique qui fait partie de la famille des essais indépendants du temps. La simplicité du montage de l'éprouvette et de sa géométrie, le rend facile à mettre en œuvre. Il nous permet d'extraire la contrainte et la flèche à la rupture, et, le module de Young. Pour cet essai deux configurations qui peuvent être retenues : essai de flexion trois points et essai de flexion quatre points.

IV.2.2.1.Essai de flexion trois points

Cet essai consiste à imposer une déformation (ou *flèche*) à une éprouvette normalisée (barreau rectangulaire) placé sur deux appuis, à l'aide d'un poinçon se déplaçant à vitesse constante à mis distance des deux appuis, puis on mesure la force qu'oppose l'éprouvette à cette déformation (figure IV.2).

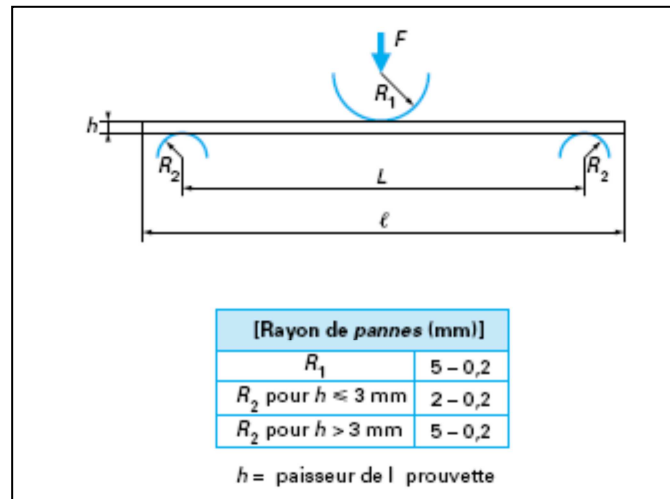


Figure IV.2: essai de flexion trois points, EN ISO 14125

Le mode de rupture du matériau dans l'essai de flexion trois points dépend du rapport L/h (où L étant la distance entre appuis, et h l'épaisseur de l'éprouvette) :[5]

- ✓ pour obtenir une rupture par flexion : $L/h > 16$ à 20 ;
- ✓ pour obtenir une rupture en cisaillement sur matériaux à base de fibre de verre : $L/h < 8$;
- ✓ pour obtenir une rupture en cisaillement sur matériaux à base de fibre de carbone : $L/h < 5$.

Étude théorique

Soit une poutre (éprouvette) de section rectangulaire ($b.h$) posée sur deux appuis distants de L , soumise à une force F appliquée à égale distance des deux appuis.

- **Les forces de réaction (R_1 et R_2)**

En raison de symétrie, les réactions sont égales :

$$R_1 = R_2 = \frac{F}{2}$$

- **L'effort tranchant (Q)**

$$\begin{aligned} \text{Pour } 0 \leq x \leq \frac{L}{2} & : Q = \frac{F}{2} \\ \text{Pour } \frac{L}{2} \leq x \leq L & : Q = -\frac{F}{2} \end{aligned}$$

- **Moment fléchissant (M_f)**

$$M_f = \int_0^x Q dx \tag{IV.1}$$

$$\text{Pour } 0 \leq x \leq \frac{L}{2} : M_f = R_1 \cdot x = \frac{F}{2} x \quad \begin{cases} \text{si } x = 0 \text{ alors } M_f = 0 \\ \text{si } x = \frac{L}{2} \text{ alors } M_f = \frac{FL}{4} \end{cases}$$

$$\text{Pour } \frac{L}{2} \leq x \leq L : M_f = \frac{F}{2} \cdot x - F(x - \frac{L}{2}) = -\frac{F}{2}(x-L) \quad \begin{cases} \text{si } x = \frac{L}{2} \text{ alors } M_f = \frac{FL}{4} \\ \text{si } x = L \text{ alors } M_f = 0 \end{cases}$$

D'après ces résultats le moment fléchissant est maximum au milieu de la poutre : $M_{fMax} = \frac{FL}{4}$

La figure (IV.3) représente le diagramme des efforts tranchants et des moments fléchissants :

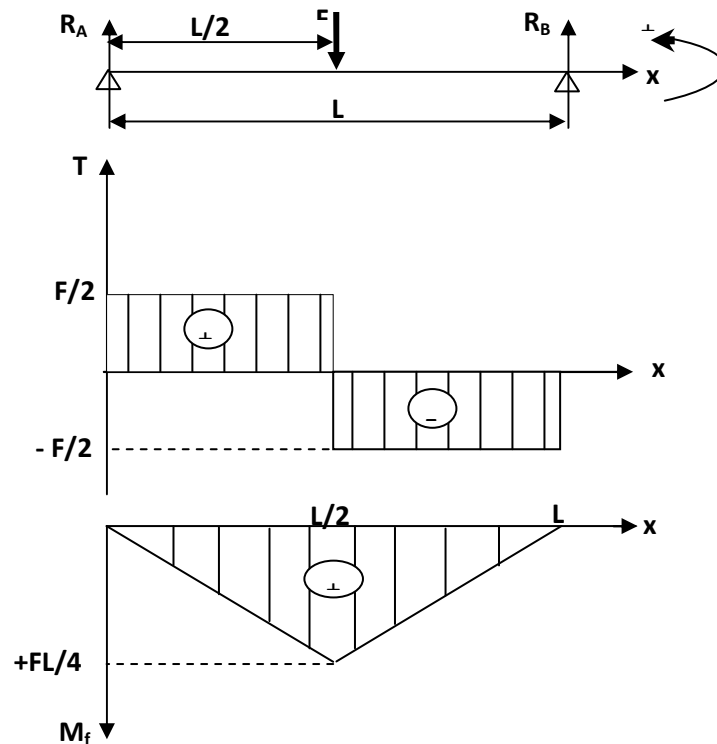


Figure IV.3 : Diagramme des moments fléchissants et des efforts tranchants

• **La flèche de la poutre**

$$\delta = \frac{\partial W}{\partial F} \tag{IV.2}$$

Avec $W = \frac{1}{2EI} \sum \int_0^x M_f^2 dx + \frac{1}{GS} \int_0^x Q^2 dx$ est l'énergie de déformation.

L'expression (IV.2) devient :

$$\delta = \frac{FL^3}{48EI} \left(1 + \frac{12EI}{GSL^2} \right) \tag{IV.3}$$

Où $I = I \frac{bh^3}{12}$: moment d'inertie de la poutre ;

E : module la flexion de la poutre ;

EI : rigidité de la poutre.

Si on néglige l'effet de l'effort tranchant on peut calculer la flèche comme suit :

L'équation de la déformée s'écrit sous forme :

$$EIY'' = - M_f \tag{IV.4}$$

De cette équation, on peut tirer l'expression de Y'' :

$$Y'' = - \frac{1}{EI} \left(\frac{F}{2} x \right) \tag{IV.5}$$

En intégrant l'équation (IV.5) sur l'intervalle $\left[0, \frac{L}{2}\right]$ on aura :

$$\begin{aligned}
 Y' &= -\frac{1}{EI} \left(\frac{F}{4} x^2 + C_1 \right) \\
 Y &= -\frac{1}{EI} \left(\frac{F}{12} x^3 + C_1 x + C_2 \right)
 \end{aligned}
 \tag{IV.6}$$

C_1 et C_2 étant des constantes déterminées par les conditions aux limites :

Si $x = 0$ alors $Y = 0$, d'où $C_2 = 0$

Si $x = \frac{L}{2}$ alors $Y' = 0$, d'où $C_1 = -\frac{FL^2}{16}$

En remplaçant dans l'équation (IV.6), l'expression de la flèche devient :

$$Y(x) = \frac{1}{EI} \left(\frac{F}{12} x^3 - \frac{FL^3}{16} x \right)
 \tag{IV.7}$$

La flèche maximale est obtenue au milieu de la poutre lorsque $x = \frac{L}{2}$:

$$Y_{\max} = \frac{FL^3}{48EI}
 \tag{IV.8}$$

Cette relation permet de déterminer l'expression de module de Young :

$$E = \frac{FL^3}{4bh^3}
 \tag{IV.9}$$

• **La contrainte normale**

$$\sigma_f = \frac{M_f}{W_f}
 \tag{IV.10}$$

Avec $M_f = \frac{F}{2} .x$

$$W_f = \frac{I_{zz}}{Y}$$

Pour calculer la contrainte maximale on remplace dans la formule (IV.6) par M_{fmax} et W_{fmin} tel que :

$$W_{min} = \frac{I_{zz}}{Y_{max}}$$

$$\text{Avec } \left. \begin{aligned} Y_{max} &= \frac{h}{2} \\ I_{zz} &= \frac{bh^3}{12} \end{aligned} \right\} W_{min} = \frac{bh^3}{6}$$

Ainsi la formule la contrainte maximale est donnée pour $x = \pm \frac{h}{2}$:

$$\sigma_{fmax} = \pm \frac{3}{2} \frac{FL}{bh^2}
 \tag{IV.11}$$

L'expression de la déformation maximale peut être déduite des deux équations (IV.11) et (IV.9) :

$$\epsilon_{max} = \frac{6Yh}{L^2n}$$

• **La contrainte tangentielle**

$$\tau = \frac{QS_z}{bl_{zz}} \tag{IV.12}$$

Avec $S_z = \Omega.Y_G$

$$\Omega = b\left(\frac{h}{2} - y\right)$$

$$Y_G = \left[y + \left(\frac{h}{2} - y\right)\right]/2$$

Ainsi la relation (IV.8) s'écrit :

$$\tau = \frac{3F}{4bh^3}(h^2 - 4y^2)$$

Pour $y = \frac{h}{2}$ la contrainte tangentielle est nulle

Pour $y = 0$ (fibre neutre la contrainte est maximale) la contrainte tangentielle est maximale :

$$\tau_{max} = \frac{3F}{4bh} \tag{IV.13}$$

La figure (IV.4) représente la répartition des contraintes dans un essai de flexion trois points :

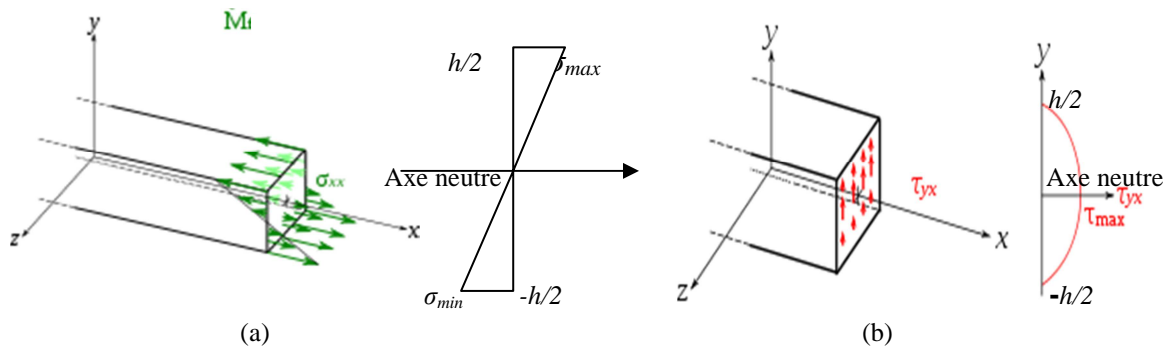


Figure IV.4 :Champs des contraintes en flexion trois points : a) contrainte normale, b) contrainte de cisaillement

L'influence de ces contraintes de cisaillements n'est pas négligeable car lors d'un essai de flexion trois points, la flèche total Y imposée à l'éprouvette est la résultante du moment fléchissant et de l'effort tranchant. Pour cette raison on calcule le module apparent (equation IV.14)

$$E_{app} = \frac{L^3}{4bh^2} \frac{dF}{d\delta} \tag{IV.14}$$

IV.2.2.2. Essai de flexion quatre points

Dans ce cas, l'éprouvette est sollicitée à deux forces équivalentes des deux appuis (figure IV.5).

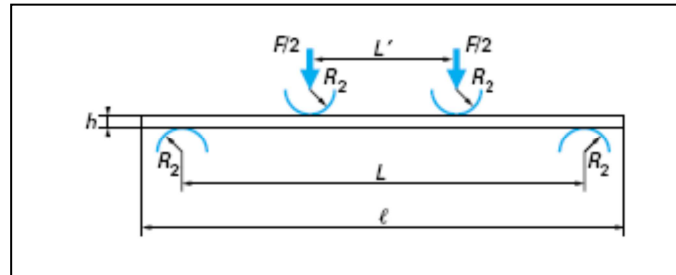


Figure IV.5 : essai de flexion quatre points, EN ISO 14125

Cette méthode permet d'éviter l'influence de la contrainte de cisaillement qui se superpose aux contraintes normales dans la flexion trois points. Le moment fléchissant entre les deux charges est constant, et l'effort tranchant est nul.

Les inconvénients que présente cette méthode sont [23]:

- ✓ la nécessité d'utiliser un capteur de déplacement pour mesurer la *flèche* ;
- ✓ les flèches à la rupture sont très importantes, ce qui nécessite une correction pour les calculs des contraintes;
- ✓ la rupture intervient dans la zone centrale par délaminage qui est dû à un flambement des fibres dans la partie comprimée.

IV.2.3. Essai de cisaillement

les essais de cisaillement utilisés pour l'étude des matériaux composites permettent de connaître le comportement au cisaillement (contrainte et module de cisaillement) soit selon une sollicitation dans le plan des couches (cisaillement interlaminaire), soit selon une sollicitation perpendiculaire aux couches.[5]

Ces essais sont très souvent difficiles à mettre en œuvre, portant sont très importants pour l'étude d'un matériau composite. Plusieurs méthodes d'essais existent et chacune présente quelques inconvénients

IV.2.3.1. Délaminage en flexion trois points

Les composites obtenus par empilement des couches sont sujet au délaminage, se traduisant par une décohésion des couches.

Pour obtenir un cisaillement dans l'essai de flexion trois points, le rapport L/h doit être inférieur à 5. Ce type d'essai ne permet pas de calculer le mode de cisaillement

interlaminaire : si la distance entre appuis est très faible, il est très difficile, en pratique, de mesurer la *flèche* de l'éprouvette.

IV.2.3.2. Essai de torsion tube

Principe :

Une éprouvette de forme tubulaire et de longueur suffisante se fixe sur un embout métallique avec un renforcement continu de plastique armé (figure VI.6). la mesure de la déformation se fait à l'aide des jauges de déformation dans la partie centrale, en deux points opposés (les jauges sont placées à 45°).

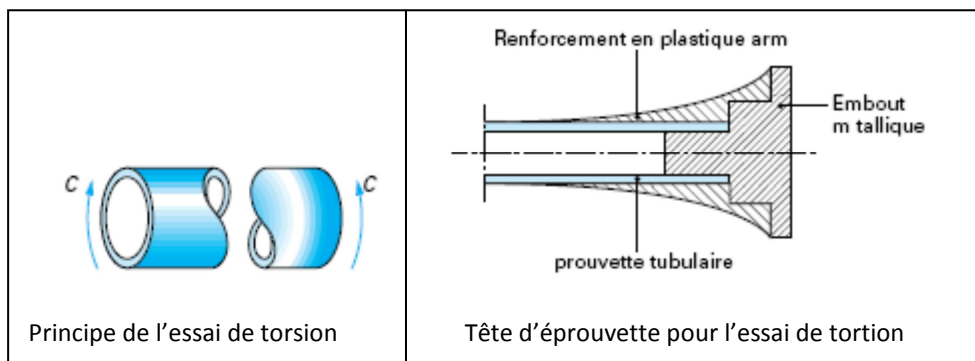


Figure IV.6 : essai de torsion

IV.2. 3.3. Essai de traction à ±45°

L'essai de traction effectué à 45° de la direction des fibres permet de déterminer : la résistance au cisaillement plan, le module de cisaillement et la déformation de cisaillement de matériau. Cet essai est très simple à réaliser. Il est applicable aux composites à matrices organiques symétriques et équilibré et à renfort tissé ou unidirectionnel, présentant des fibres orientés à ±45° par rapport à l'axe longitudinale. [23]

La géométrie de l'éprouvette est représentée sur la figure (IV.7) Pour mesurer la déformation longitudinale et transversale, des jauges de déformations sont utilisées.

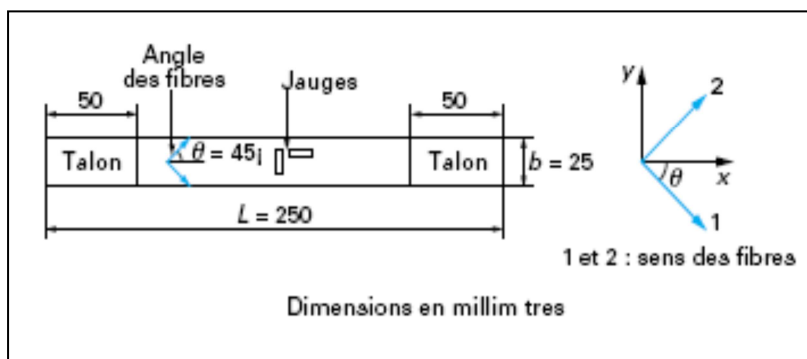


Figure IV.7 : éprouvette de traction à ±45°, EN ISO 14 129

Le problème rencontré dans ce type d'essai est que l'échantillon n'est pas soumis à un état de cisaillement pur. En pratique, des contraintes de tractions sont induites parallèlement et perpendiculairement aux fibres, ainsi des contraintes de cisaillement interlaminaires. Compte tenu de la faiblesse des composites dans ces deux dernières directions, des modes de ruptures non conforme peuvent survenir.

IV.2.4.Essai de résilience

Les essais au choc ont pour objectif de déterminer l'énergie de rupture. Plusieurs types d'essai existent, parmi eux on peut citer : l'essai de résilience Charpy, et l'essai par choc multiaxiale.

IV.2.4.1.Essai Charpy

L'essai Charpy est le moyen le plus classique pour caractériser la fragilisation du matériau sous l'action d'un choc. Son principe consiste à réaliser un essai de flexion par choc. Le moyen qui nous permet de réaliser cet essai est le « mouton Charpy » (figure IV.8). L'énergie consommée pour rompre l'éprouvette est mesurée en faisant la différence entre la hauteur de chute du mouton et celle à laquelle il remonte après avoir rompu l'éprouvette.

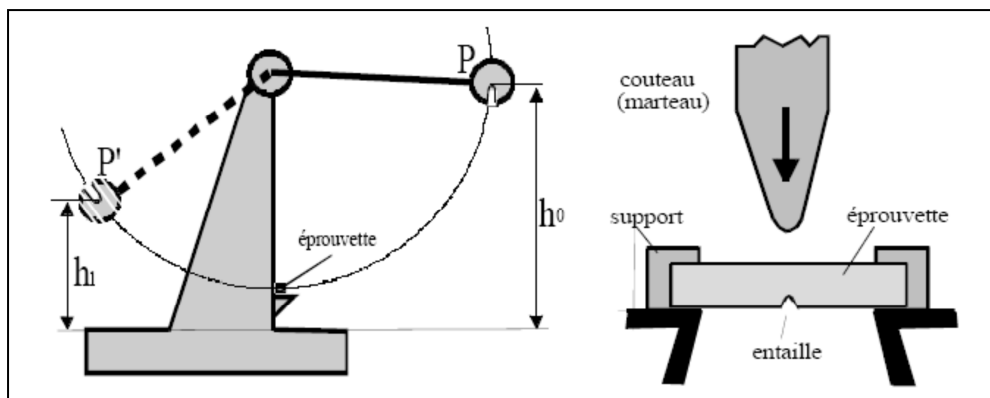


Figure IV.8 : mouton Charpy

En général l'éprouvette utilisée est un barreau de section carré entaillé au milieu. l'entaille peut être de forme V ou U. mais la norme T57-108 présente quelques différences importantes aux modalités générales :[23]

- ✓ la longueur des éprouvettes est fixée en fonction du type de rupture que l'on désire mettre en évidence ; on impose un rapport D/h de la distance entre appuis à l'épaisseur de l'éprouvette ; ce rapport est fixé à 20 pour les ruptures longitudinales, à 6 ou 8 pour les ruptures tangentielles par cisaillement ;
- ✓ les éprouvettes ne sont pas entaillées ;
- ✓ la résistance au choc est représentée par l'énergie de rupture rapportée au volume des éprouvettes entre appuis.

L'essai de choc Charpy est peu utilisé pour les composites dans la mesure où le mode de rupture est peu satisfaisant. les matériaux composites en effet sont particulièrement sensibles

aux chocs dans l'épaisseur, qui conduisent à des délaminages et à une fissuration de la matrice.

IV.2.4.2. Essai de choc biaxiale

Cet essai se réalise sur des plaques par chute d'un percuteur d'une hauteur donnée. Il est ainsi, possible d'obtenir la loi de comportement *force/ flèche* (ou *force/temps*) et de mesurer la vitesse du percuteur ou de l'impact.

La récence du matériau dépend de très nombreux facteurs (dont certains liés à l'équipement d'essai), et les résultats issus de choc d'énergie donnée à différentes vitesses peuvent être très différents. L'endommagement résultant d'un essai de choc peut être mesuré par des techniques d'imagerie non destructive (de type C-Scan). Les chutes de performances mécaniques sont généralement mesurées par un essai de compression après impact.

IV.2.5. Essai de dureté

La dureté peut être définie comme une mesure de la résistance à la déformation plastique localisée. Les méthodes de mesure de la dureté sont basées sur la pénétration d'un indenteur à la surface du matériau. Une valeur de dureté est déterminé par la mesure de dimension de l'empreinte fait par l'indenteur soumis à des charges et des vitesses d'application contrôlées.[24]

Plusieurs types d'essais de dureté existent, mais celui adapté aux matériaux composites est la mesure de la dureté Barcol en utilisant un duromètre Barcol. c'est un système portable qui utilise de faibles charges de l'ordre de 1daN.[5]



Figure IV. : Image d'un duromètre Barcol

Son principe de fonctionnement consiste à faire pénétrer une pointe en acier sous l'action d'une charge normalisée.

Il sert à vérifier les propriétés de surface et permet d'estimer le degré de réticulation de la résine.

Des résultats assez dispersés sont parfois noté dont la cause est la présence de charges en surface ou le caractère viscoélastique de la matrice. Dans ce dernier cas, les lectures seront faites à un temps définis après application de la charge.[23]

IV.3. Vieillissement accéléré

IV.3. 1. Intérêt du vieillissement accéléré

Une étude de vieillissement, s'elle est faite dans les conditions naturelles en température et humidité, étant souvent lente pour évaluer la résistance d'un matériau, il est nécessaire d'avoir recours à des vieillissements accélérés, pour pouvoir prévoir un comportement sur des échéances variées et avec des délais relativement courts et compatible avec la phase de développement du matériau. Si ces vieillissements accélérés ne permettent pas toujours de prévoir la cinétique d'évolution du comportement, ils permettent d'avoir un retour sur les abattements des performances en vieillissement. Ils se doivent d'être conservatoires vis-à-vis des composites à matrice organiques par rapport au vieillissement naturel. Ces vieillissements nécessite la connaissance des mécanismes directeurs responsables de la dégradation du composite à matrice organique et de l'activation des même mécanismes de dégradation que ceux qui seront rencontrés par le matériau en service, sans en introduire de nouveaux. Le terme vieillissement accéléré sous-entend que les effets observés sont qualitativement les même quelles que soient les conditions de vieillissement (température, humidité, ...), et que seul la vitesse du processus de vieillissement varie.

Le vieillissement accéléré est utilisé pour contrôler des similitudes de comportement par rapport à du vieillissement naturel et pour permettre des extrapolations raisonnées. La température est utilisée comme facteur d'accélération du temps, mais au-delà d'un certains seuil le comportement de la matrice se modifie rapidement et il n'est plus représentatif. [20]

IV.3. 2. Les méthodes d'essais pour réaliser le vieillissement accéléré

Pour accélérer un vieillissement en milieu humide, on dispose de deux voies : Augmenter soit la température (diffusion plus rapide), soit l'hygrométrie relative (concentration absorbée à l'équilibre plus élevé). Les deux voies pouvant être empruntée simultanément.

Par conséquence, les essais qui nous permet d'évaluer un vieillissement hydrolytique sont réalisés dans des atmosphères contrôlés : différents taux d'humidité, en immersion et à différents températures. [22]

- **Les essais en étuve à température et humidité constante contrôlé :** (à température et hygrométrie constante) : ces essais sont utilisés pour la simulation du vieillissement naturel. Les résultats peuvent être employés pour la réalisation d'un modèle prévisionnel de comportement à long terme à deux paramètres : la température et l'humidité relative. [21]

- **Essai en immersion à température constante** : ces essais sont utilisés pour les applications où le matériau est exposé au milieu liquide (tuyauteries, réservoirs, bateaux, ...). Dans certains cas, il est intéressant d'étudier le comportement sous contrainte, sachant que des phénomènes de plastification et de l'hydrolyse vont apparaître et le problème sera compliqué. Dans ce type d'essai, on peut observer la solubilisation d'une partie des produits de dégradation du polymère. Pour cette raison la composition de l'eau doit être régulièrement contrôlé et renouvelé périodiquement pour ne pas influencer les conditions de vieillissement par les produits extraits. [21]

IV.3.4. Suivi gravimétrique

Le suivi gravimétrique des composites à matrice organique, bien que traduisant un phénomène macroscopique, correspond au premier moyen peu coûteux et d'utilisation facile permettant le suivi du comportement au vieillissement. Il renseigne sur l'absorption d'eau, la dégradation thermique, les phénomènes d'érosion, distraction de molécules (dégradation chimique, extraction d'additifs, ...). Cet essai permet d'obtenir rapidement des indications sur l'évolution et le comportement du matériau composite, sans toutefois donner d'indication sur les mécanismes mis en jeu ni sur l'évolution des propriétés. [22]

Conclusion

Pour chacune des caractéristiques d'un matériau, plusieurs méthodes sont disponibles pour la déterminer ; chacune ses avantages et ses inconvénients. Le choix d'une de ces méthodes se fait selon le type de matériau, le type des résultats attendus de l'essai et les moyens disponibles.

Après que nous avons vue l'aspect théorique de ce projet, nous avons réalisé une étude pratique pour savoir utiliser les informations que nous avons assemblé dans la réalité et mieux comprendre les phénomènes. Les résultats de la partie expérimentales et leurs interprétations vont être donné dans le chapitre suivant.

CHAPITRE V :

Partie expérimentale

La partie expérimentale porte essentiellement sur l'étude de vieillissement d'un matériau composite à résine polypropylène renforcé par des fibres de verre discontinues.

Les conditions de vieillissement que nous avons choisis consistent à immerger le matériau dans l'eau de mer à 40°C jusqu'à saturation, et pour quantifier les effets de vieillissement sur les propriétés mécaniques du matériau; nous avons réalisé des essais de flexion trois points jusqu'à rupture sur des éprouvettes non vieilles puis sur des éprouvettes vieilles.

V.1.Présentation de matériau

V.1.1.Constitution

Le matériau étudié dans ce projet est un composite à matrice thermoplastique (polypropylène) renforcé par des fibres de verre discontinues de type E.

Quant au mode d'élaboration il a été mis en œuvre par injection sous forme de plaque de dimension 600×200×4m³. Le trou d'injection se trouve au centre du moule. Les autres informations sur ce matériau sont inconnues à l'exception de celles qu'on va déterminer par la suite.

V.1.2.Essai de perte au feu (ou calcination)

Pour déterminer les teneurs massiques des constituants (renfort, résines, charges,.....) nous avons utilisés l'essai de perte au feu.

Les moyens mis en disposition sont :

- ✓ Four spécifique où la température peut atteindre 1100°C équipé d'un thermostat et d'une fente permettant l'évaluation des gaz de combustion tout en empêchant l'entrée de l'air
- ✓ Une balance de précision de 10⁻⁴
- ✓ Des creusets en céramique.

L'opération consiste à peser des échantillons à sec et les placer dans des creusets préalablement pesés. Le tout est placé dans un four à la température de 670°C, pour laquelle la résine est entièrement calciné (environ 80 mn). A la fin de cette opération les creusets et les fibres sont repesés à la température ambiante. Les résultats de cet essai sont portés dans le tableau (V.1).

creuset	Creuset vides (A)	Creuset + échantillons		Taux de fibres(%)
		Avant calcination[g] (B)	Après calcination[g] (C)	
Creuset 1	18,8615	24,9069	21,2496	39,50
Creuset 2	17,459	24,2619	20,1856	40,08
Creuset 3	17,4146	23,7311	19,9678	40,42
Creuset 4	14,7411	21,5306	17,4692	40,18
Taux de fibre moyenne (%)	40,0462524			

Tableau V.1 : résultats de l'essai de calcination

Pour calculer la moyenne nous avons utilisé la formule suivante :

$$\text{Taux (\%)} = \frac{(C-A)}{(B-A)} \times 100 \quad (\text{V.1})$$

Où : A : masse de creusé vide ;

B : masse de creusé avec l'échantillon avant calcination ;

C : masse de creusé avec échantillon après calcination.

Le composite verre /polypropylène étudié; contient un taux de fibre moyen égale à **40,05%**.

V.1.4.Répartition des fibres

Pour mieux voir la répartition des fibres nous avons observé par un microscope les échantillons après l'essai de calcination sans avoir changer leurs positions à la sortie du four (figure V.1).



(a)

(b)

(c)

Figure V.1 : Observation de la disposition des fibres : (a) creuset à la sortie du four, (b) l'échantillon de fibres après calcination, (c) micrographie de l'échantillo

Les micrographies de la figure(V.1.c) font apparaître que les fibres sont réparties d'une manière aléatoire dans le plan.

V.1. 3.La longueur des fibres

Pour mesurer la longueur des fibres, nous avons procédé des micrographies (figure V.2) présent après calcination. L'appareil mis en disposition est un microscope optique de marque Hund, couplé à un système d'analyse d'images(PicedCora) qui permet une automatisation complète de la mesure.

Les fibres sont disposées manuellement sur des supports. La mesure est reproduite sur plusieurs fibres. La gamme de mesure est comprise entre 0.09 et 0.89 mm.

Cette méthode consiste à prendre des photos des échantillons (figure V.2.a) et de la règlette (figure V.2.b) avec le même grossissement. Pour calibrer la mesure, il faut tracer une droite sur la règlette qui correspond à un 1mm. Automatiquement lorsqu'on trace une droite sur la fibre, il s'affiche la valeur de la longueur de la fibre.

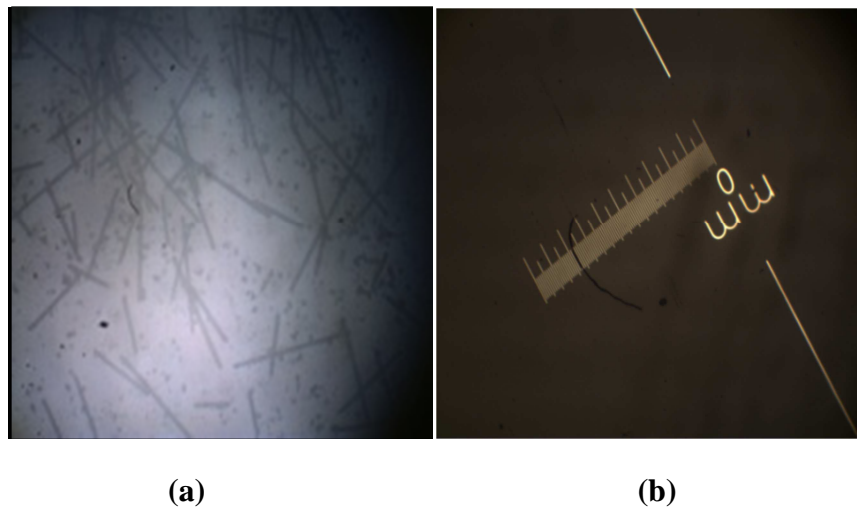


Figure V.2 : Mesure de la longueur des fibres (a) microscopie (b) la règlette

Nous avons pris plusieurs mesures de fibres sur chaque photo et nous avons calculé la moyenne. La moyenne générale représente la longueur moyenne des fibres.

Les résultats de mesures obtenus sont donnés dans le tableau (V.2) :

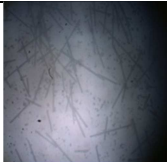

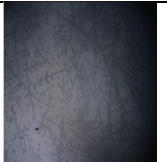
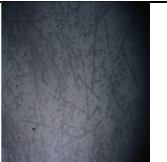
	 Image1	 Image2	 Image3	 Image4
Langueur [mm]	0,35	0,45	0,34	0,24
Moyenne [mm]	0,345			

Tableau V.2 : La longueur moyenne des fibres

V.2.Géométrie des éprouvettes

Les dimensions des éprouvettes ont été choisies selon la norme NFT 51 – 120. (Figure V.3).

$L = 100\text{mm} \pm 1$; b est fonction de h ; $10 < b \leq 15\text{mm}$ et $h \leq 5\text{mm}$.

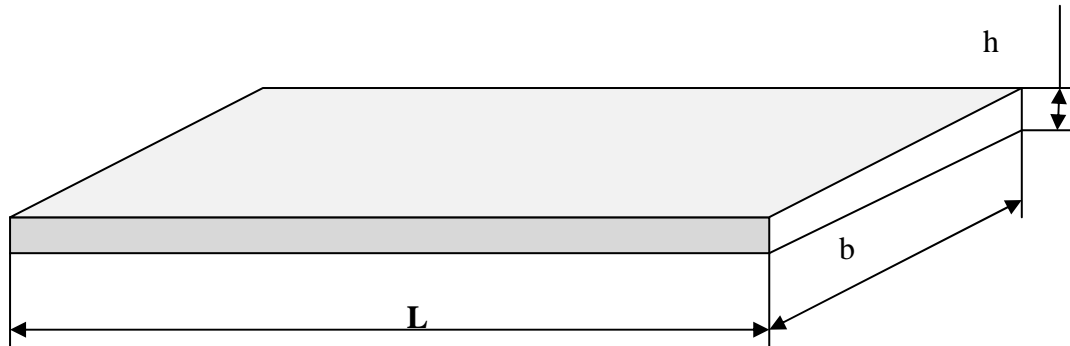


Figure V.3 : géométrie de l'éprouvette.

Nous avons mesuré les dimensions des éprouvettes à l'aide d'un pied à coulisse. Pour chaque dimension nous avons pris plusieurs valeurs, puis nous avons calculé les moyennes en considérant les formules (V.1) et (V.2):

$$h_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^3 (h_i) \quad (\text{V.1})$$

$$b_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^3 (b_i) \quad (\text{V.2})$$

où h : est l'épaisseur de l'éprouvette et b : la largeur de l'éprouvette

V.3.Prélèvement des éprouvettes

Le découpage est assuré à l'aide d'une tronçonneuse d'établi réglable équipée d'un disque diamanté avec lubrification abondante (selon les dimensions largeur et longueur prédéfinies). Nous avons utilisés deux lots d'éprouvettes : le premier contient cinq éprouvettes utilisés pour l'essai de flexion comme matériau non vieilli ; et le deuxième contient quatre éprouvettes utilisées comme matériau vieilli.

V.5.Essai de vieillissement par absorption d'eau

L'essai est réalisé au laboratoire de mécanique de structure et énergétique de l'université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Nous avons réalisé un vieillissement accéléré par immersion dans l'eau de mer à une température de 40° . Pour le suivi du poids des échantillons au cours du vieillissement nous avons procédé par l'analyse gravimétrique. Ainsi, les étapes que nous avons suivit sont :

- ✓ Après avoir découpé et marqué les échantillons (donner un code pour chaque éprouvette pour ne pas les confondre durant les essais), nous avons pesé chacune des éprouvettes pour obtenir la masse initiale (m_0). La précision de la balance utilisée est de l'ordre de 10^{-4} g .
- ✓ Les éprouvettes sont ensuite, immergées dans des bacs d'eau de mer, que nous avons placée dans une étuve où la température est réglée à 40°C .
- ✓ La température à l'intérieur de l'étuve reste ainsi (40°C) jusqu'à la saturation des échantillons.
- ✓ A chaque période, nous faisons sortir les échantillons de l'étuve pour les peser. Avant de les mettre sur la balance, ils sont essuyés par un papier filtre afin d'éliminer les gouttes d'eau restantes sur les surfaces.
- ✓ Avant de remettre les échantillons à leurs places, nous faisons changer l'eau dans les bacs pour garder la même concentration de l'eau pendant la durée de l'essai.
- ✓ La mesure est relevée lorsqu'elle devient stable.

Les valeurs de la prise de masse en pourcentage sont calculées par la formule (V.3)

$$W(\%) = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \cdot 100 \quad (\text{V.3})$$

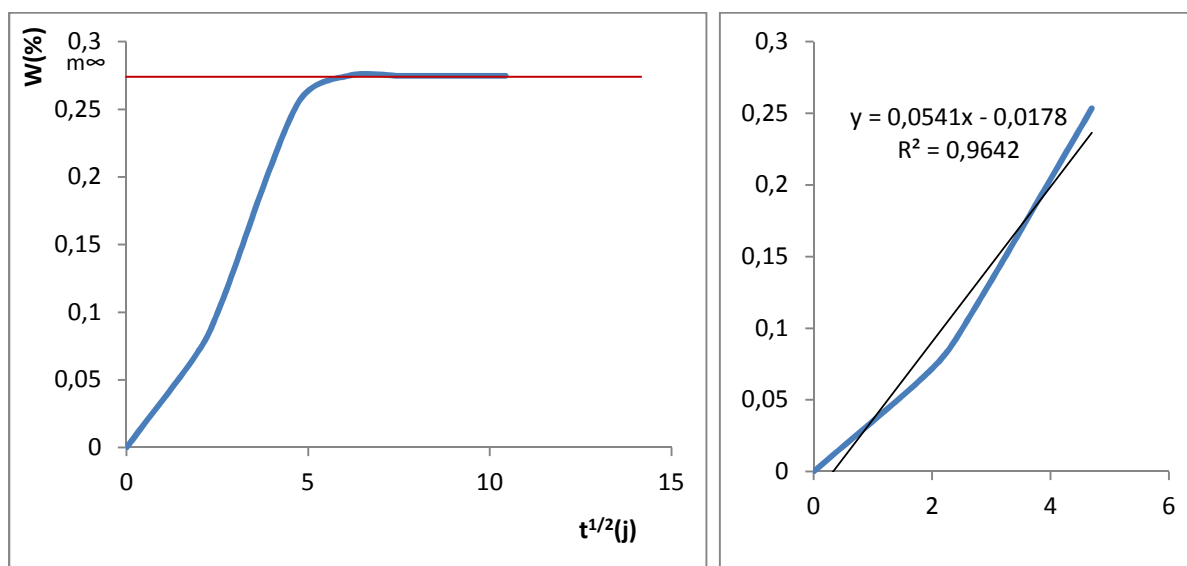
Où

m_0 : masse initiale de l'échantillon

m_1 : masse de l'échantillon après une période (t) de vieillissement.

$W(\%)$: prise en masse au temps (t) en (%).

La figure (V.4) illustre la cinétique d'absorption pour le matériau étudié dans les conditions définies précédemment.



Figure(V.4) : cinétique d'absorption du composite polypropylène/verre en immersion dans l'eau de mer à 40°C

La figure (V.4) montre que la cinétique d'absorption du verre/polypropylène obéit au modèle de Fick définie dans le chapitre (III). On observe une partie linéaire aux premiers temps de vieillissement correspondante à une prise d'eau croissante. Cette partie nous permettra de déterminer le premier paramètre du modèle de Fick, le coefficient de diffusion (D). La diffusion se ralentit par la suite pour atteindre un palier qui correspond à la quantité d'eau à saturation (m_∞).

Coefficient de diffusion

Pour calculer le coefficient de diffusion on utilise la formule (V.4) :

$$D = \pi p^2 \left(\frac{h}{4m_\infty} \right)^2 / \beta^2 \quad (\text{V.4})$$

Avec :
$$\beta = 1 + \frac{h}{b} + \frac{h}{l} \quad (\text{V.5})$$

Où : p : la pente de la courbe d'absorption masse/temps ;

h , b et l : sont respectivement l'épaisseur, la largeur et longueur de l'éprouvette ;

β : est un facteur de correction qui prend en compte l'eau pénétrant par les faces latérales dans le cas des échantillons non recouverts.

Mais comme pour cette étude nous ne disposons pas de coefficient β ; on calcule seulement la pente (équation V.5) de la courbe d'absorption.

$$p = \frac{m_2 - m_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \quad (\text{V.6})$$

Le tableau (V.2) représente les paramètres de la courbe d'absorption verre/polypropylène vieilli en immersion dans l'eau de mer à 40°C (p et m_∞)

Masse à saturation m_s (%)	Pente de la courbe p	Facteur de correction β	Coefficient de diffusion D
0,28	0,054	1,29	$(6,17) \cdot 10^{-2}$

Tableau V.3 : paramètres de la courbe d'absorption

V.6.Essai de flexion trois points

Pour étudier les effets du vieillissement sur les caractéristiques mécaniques, nous avons réalisé des essais de flexion trois points car le matériau étudié est sollicité beaucoup plus à la flexion dans son domaine d'utilisation.

Moyens d'essai

Ces essais ont été réalisés sur une machine d'essai universelle de type Thumier modèle TH3630 10 – 320 – 2003 (figure V.4). Elle peut effectuer sans encombre la traction, la compression et la flexion, avec bien sur changement de mors qui se montent et démontent facilement.



Figure V.5 : dispositif assurant l'essai de flexion

Elle est dotée d'une vitesse de chargement qui varie de 1 à 500mm/min contrôlées automatiquement. Elle est constituée essentiellement de deux traverses : une inférieure fixe, et une autre supérieure mobile. Sur chacune des traverses se trouve des mors permettant de positionner l'éprouvette.

La machine est pilotée par un ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition qui nous permet d'enregistrer la flèche au centre de l'éprouvette et la force en temps réel au cours de l'essai ; à l'aide d'un capteur de déplacement et d'effort.

Condition et géométrie de l'essai

Ces essais sont conduits selon la norme NF T57 – 105. Ils consistent à déformer jusqu'à rupture une éprouvette plane de dimension que nous avons citée déjà dans le paragraphe V.2.

Les éprouvettes sont posées sur deux appuis de forme cylindrique et de diamètre de 5mm. La force de flexion est appliquée à l'aide d'une panne de diamètre de **10mm**, à une distance des deux appuis (figure V.5).

Afin d'éviter les effets de cisaillement sur le mode de rupture, nous avons choisis que la valeur du rapport L/h soit égale à 20 (L : distance entre appuis et h : épaisseur de l'éprouvette).

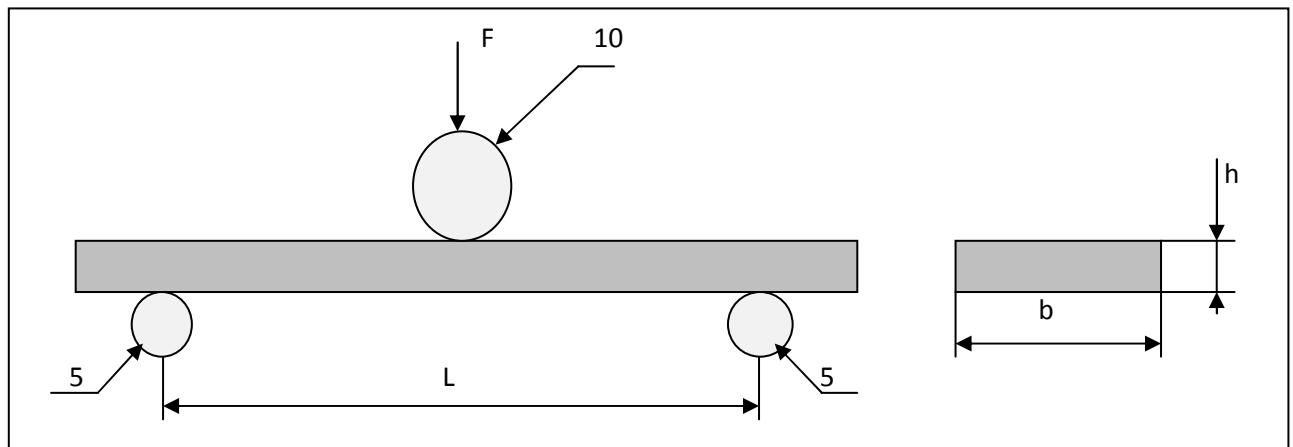


Figure V.6 : géométrie de l'essai de flexion

La vitesse de déplacement de la panne est désignée par le rapport h/L . La valeur que nous avons obtenue est de 2mm/s.

Ces essais nous permettent de tracer la courbe d'évolution contrainte/déformation (figure V.7) et de déterminer les caractéristiques mécaniques, en utilisant les formules (V.7), (V.8) et (V.9).

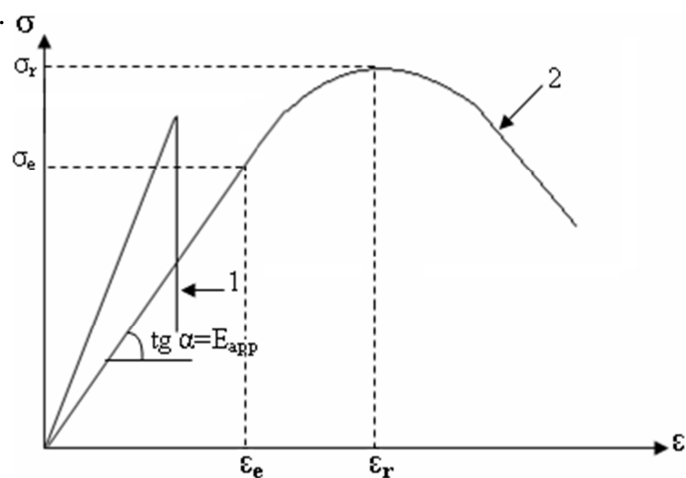


Figure V.7 : courbe contrainte/déformation pour un essai de flexion :(1) matériau fragile, (2) matériau ductile

$$\sigma = \frac{3pL}{2bh^3} \quad (\text{V.7})$$

$$\varepsilon = \frac{6Yh}{L^2} \quad (\text{V.8})$$

$$E_{\text{app}} = \frac{L^3}{4bh^3} \frac{\Delta P}{\Delta Y} \quad (\text{V.9})$$

Où :

σ_e : la contrainte normale élastique ;

ε_e : la déformation relative élastique ;

E_{app} : module apparent.

Résultats obtenus

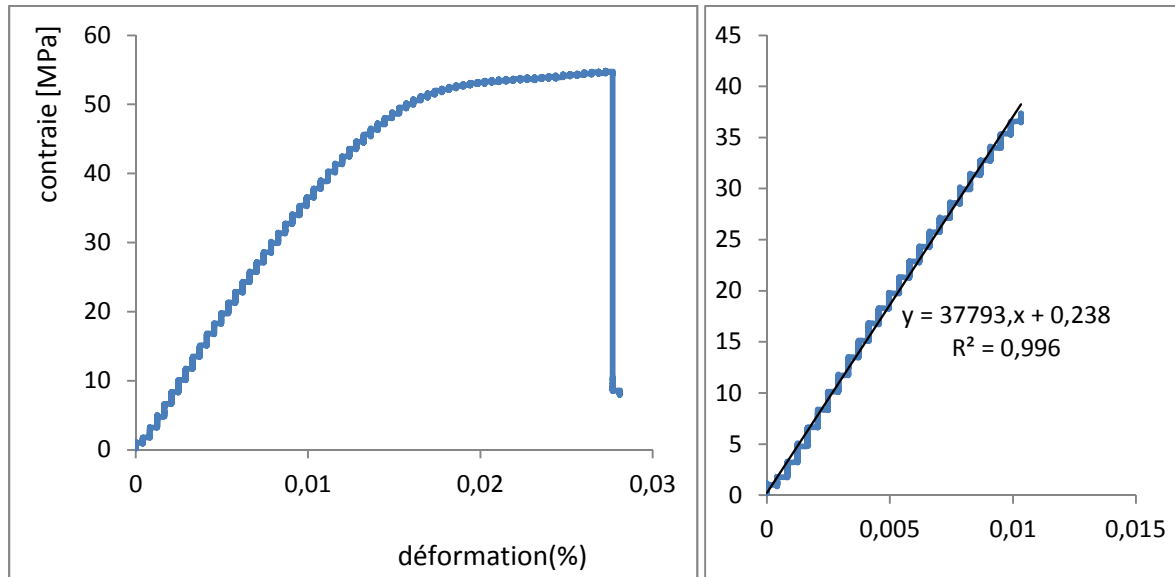


Figure V.8 : évolution des propriétés en flexion pour des éprouvettes non vieilles

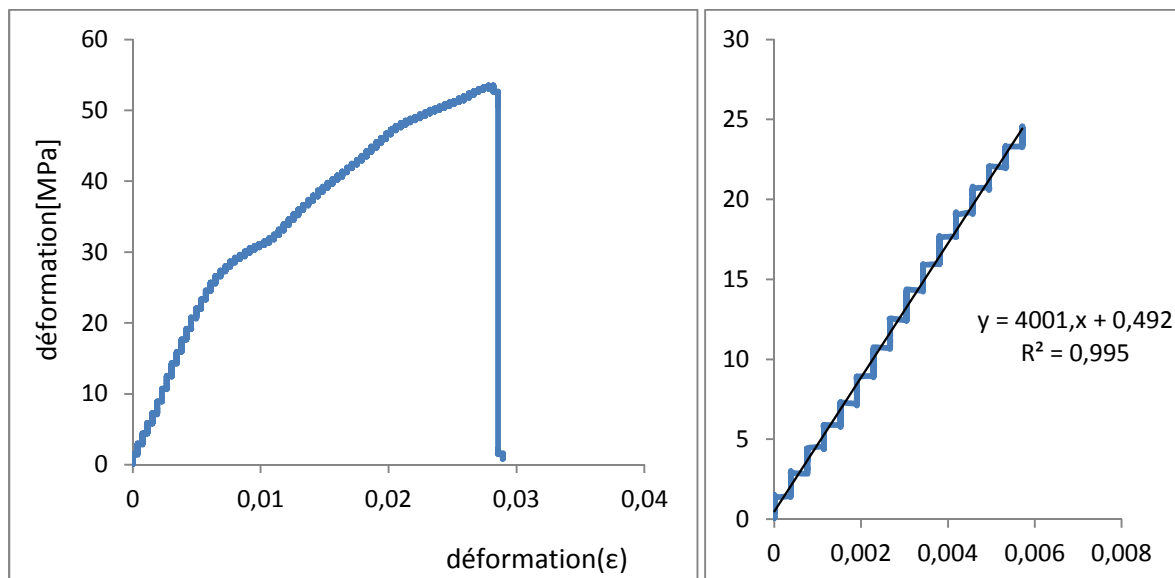


Figure V.9 : évolution des propriétés en flexion pour les éprouvettes vieilles.

matériau		Contrainte maximale [MPa]	Déformation maximale (%)	Module apparent [GPa]	Contrainte élastique [MPa]	Déformation élastique (%)
Non vieilli	NV1	58,71	2,68	3,67	37,53	1,03
	NV2	54,70	2,73	3,68	37,32	1,03
	NV3	59,00	2,94	3,28	34,20	1,05
	NV4	64,03	2,49	4,20	42,44	1,02
	NV5	70,86	2,77	4,00	39,51	1,00
vieilli	V1	48,70	2,82	3,17	20,26	0,59
	V2	55,066	2,63	4,64	29,30	0,61
	V3	53,29	2,74	4,19	24,46	0,57
moyenne						
Cas non vieilli		61,46±4,79	2,72±0,11	3,77±0,27	38,20±2,22	1,03±0,01
Cas vieilli		52,34±2,43	2,72±0,09	4±0,55	24,67±3,08	0,59±0,04

Tableau V.4 : Résultats des essais de flexion

Remarque : une des éprouvettes vieilles est endommagée lors de l'essai de flexion. Pour cette raison, dans le tableau (V.4) on trouve seulement le résultat de trois éprouvettes.

Interprétation des résultats

Comme le montre la figure (V.8) et (V.9), la courbe de contrainte/déformation permettant de distinguer trois zones :

- **zone1** : la partie linéaire de la courbe, correspondante au comportement élastique du composite polypropylène/verre
- **zone2** : la forme de la courbe dans cette zone traduit le comportement plastique du matériau.
- **zone3** : c'est la zone correspondante à la rupture.

On remarque que dans le cas vieilli la rupture est prématurée, il commence à se produire juste au début de la zone plastique.

L'autre point essentiel qu'il faut signaler est que le mode de rupture s'est produit en traction et non en compression pour toutes les éprouvettes.

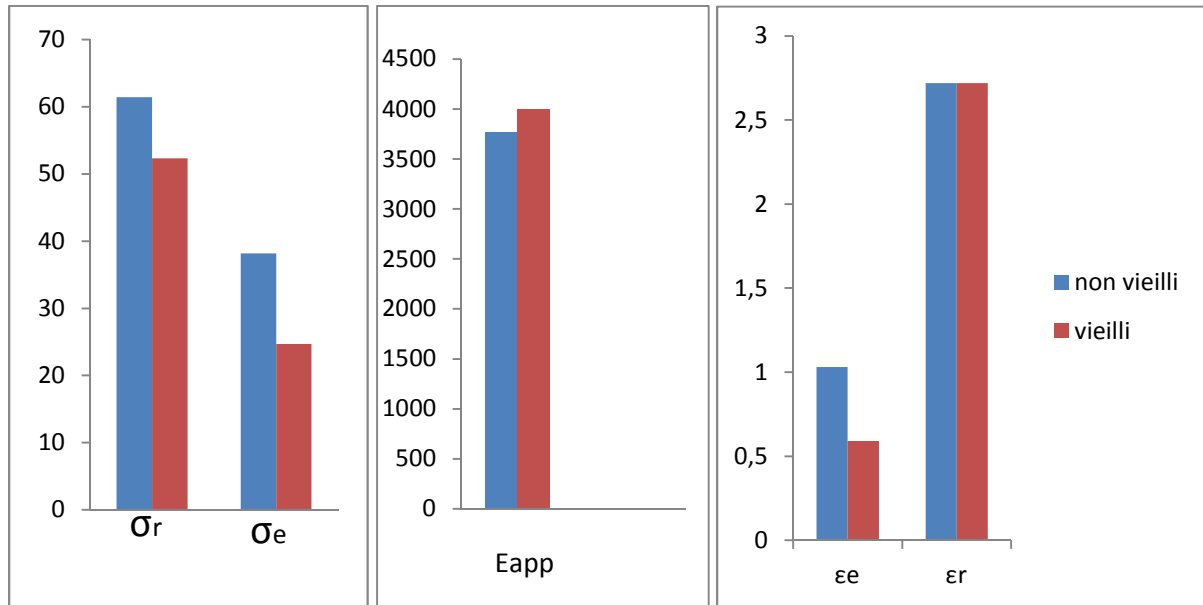


Figure V.10 : comparaison entre les propriétés du matériau vieilli et non vieilli

Le diagramme de la figure (V.11) montre une comparaison entre les propriétés mécaniques en flexion avant et après vieillissement. On observe :

- ✓ l'abaisse des propriétés élastiques (la contrainte élastique et la déformation élastique), malgré que le module apparent garde toujours la même valeur.
- ✓ l'abaisse de la contrainte à la rupture mais la déformation à la rupture reste toujours avec la même valeur.

Les résultats donnés dans le tableau (V.4) montrent que les caractéristiques mécaniques en flexion ne sont pas évoluées de valeurs importantes après le vieillissement du matériau. Donc pour un composite verre/polypropylène, les effets de vieillissement n'apparaissent pas clairement en réalisant des essais statiques.

Conclusion

D'après les résultats obtenus dans cette partie expérimentale, deux points sont important à conclure. Le premier concerne la cinétique d'absorption dans le composite verre/polypropylène qui suit le modèle de Fick. Le deuxième point concerne l'évolution des propriétés en flexion qui montre que la rupture est prématurée dans le cas vieilli malgré que le module reste invariable.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le travail réalisé dans ce projet a été consacré dans un premier temps à faire une synthèse bibliographique sur les matériaux composites. Par la suite, nous avons vu l'intérêt du modèle de Fick qui sert comme repère pour une étude de vieillissement, et pour comprendre ce phénomène il a été montré les mécanismes de dégradations que le matériau peut subir au cours de vieillissement.

La partie expérimentale de ce projet a été consacré pour déterminer la cinétique d'absorption dans un composite verre/polypropylène et l'évolution des propriétés en flexion. Les résultats obtenus par le suivi gravimétrique montre que la diffusion de l'eau dans le composite verre/polypropylène suit le modèle de Fick défini dans la partie théorique de ce projet. Les résultats des essais de flexion obtenus montrent que la rupture apparaît prématurée dans le cas vieilli malgré que le module de Young n'ait pas changé

Des études complémentaires doivent être réalisées pour mieux voir les effets du vieillissement sur le composite verre/polypropylène :

- ✓ faire un vieillissement pour plusieurs types d'eau et à différentes température pour pouvoir faire des comparaisons ;
- ✓ vieillissement de la résine seul pour dédier l'influence de la présence du renfort ;
- ✓ faire des cycles de séchage pour savoir la réversibilité du phénomène.
- ✓ réaliser des essais mécaniques dynamiques comme la fatigue pour déterminer l'influence de vieillissement sur les propriétés mécaniques, parce que l'essai de flexion ne montre pas clairement les effets de vieillissement.

Références

[1] **Jean-Marie Berthelot**

Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures, LAVOISIER, 2005

[2] **L.Berreur, B.Maillard et S.Nösperger**, Rapport de synthèse

L'industrie française des matériaux composites, NODAL CONSULTANTS, Rév.2 du mai 2002, décembre 2001

[3] **Yohann LEDRU** ; Thèse de Doctorat

Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés Aéronautiques ; Université de Toulouse; 14 décembre 2009.

[4] **Paul LUCAS et Guy ZANLLA**

Mise en œuvre des composites TP, Compounds à fibres courtes et longues, Article AM 5 235, Techniques de l'ingénieur.

[5] **F.BALLUFIER, A.LEMASCON**

Analyse de défaillance pièces plastiques, élastomères ou composites .Guide pratique. Centre Technique Des industries Mécanique(CETIM).1999

[6] **Claude BATHIAS et coll**

Matériau composite, 2^eédition, Dunod,Paris, 2005,2009

[7] **Cécille-Anne NAUDIN**

Charges, Article A 3 220, Techniques de l'ingénieur

[8] **Bénédicte BONNET**, thèse de doctorat

Comportement au choc de matériaux composites pour application automobiles ; école nationale supérieure des mines de Paris, soutenue Avril 2005, version1, juin 2007

[9] **Claud DUVAL**

Polypropylène, Article AM 3 320, Technique de l'ingénieur.

[10] **Guero GBEULI**, mémoire d'ingénieur

Etude de vieillissement physique et chimique du polypropylène, Ecole de Technologie supérieure, Université de Québec, septembre 2006.

[11] **Lilla MANSOURI**, thèse de magistère

Comportement sous sollicitation cyclique et statique des composites à renfort verre et à matrice organique, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou

[12] **Hedi NORI**, thèse de doctorat

Modélisation et identification de lois de comportement avec endommagement en fatigue polycyclique de matériaux composites à matrice thermoplastique. Arts et Métiers ParisTech, centre de Metz, juin 2009

[13] **Frédérique COEUILLE**, Thèse de Doctorat

Revêtement polymères de canalisation de fluide : caractérisation et évolution de l'adhésion en milieu agressif, Ecole des Mines de Paris

[14] **Julien MERCIER** ; Thèse de Doctorat

PRISE EN compte du vieillissement et de l'endommagement dans le domaine de dimensionnement de structures en matériaux composites, Ecole des Mines de Paris, Novembre 2006.

[16] **Jaques VERDU**

Action de l'eau sur les plastiques, Article am3161 ; Techniques de l'ingénieur.

[17] **Anne BERGERET**

Liaisons renfort/matrice-comportement des composites, Article am5307 ; Technique de l'ingénieur.

[18] **Jaques VERDU**

Vieillissement physique des plastiques, Article a3150, Technique de l'ingénieur.

[19] **Burno FAYOLLE, Jacques VERDU**

Vieillissement physique des matériaux polymères, Article am3150, Technique de l'ingénieur.

[20] **Thinh PHAMHONG**, Thèse de Doctorat

Caractérisation et modélisation du comportement d'un matériau composite soumis à un vieillissement hydrothermique, Université Josef Fourier, Novembre 2005

[21] **Bruno MORTAIGNE**

vieillissement des composites –mécanismes et méthodologie d'étude, Article am5320, Technique de l'ingénieur.

[22] **Bruno MORTAGNE**

Vieillissement des composites – Evolution des propriétés et modélisation, Article am5321 ; Techniques de l'ingénieur.

[23] **Partricia KRAWCZAK**

Essai des plastiques renforcés, Article AM 5 405, Techniques de l'ingénieur.

[23] **B.JACQUOT**, support de cours

Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie, Société française de biomatériaux dentaires, 2009-2010.