

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Mémoire De Fin D'études

*En vue de l'obtention du diplôme
MASTER ACADEMIQUE en GENIE MECANIQUE
Option : CONSTRUCTION MECANIQUE*

Thème

Etude des modèles caractérisant les interfaces dans les composites

Proposé et dirigé par :

Mr. DJEBAR Arezki

Réalisé par :

Mr. HAOUILI El hocine

Promotion 2011

Remerciements

Mes remerciements s'adressent à toutes personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, à Mr Arezki DJEBBAR d'avoir proposé et dirigé ce travail, ainsi que les membres de jury d'avoir accepté de l'examiner.

Dédicaces

Ce travail est dédié à tous les enfants qui n'ont pas eus la chance d'accéder à l'école.

Liste des tableaux

Tableau I.1: Caractéristiques des résines thermoplastiques et thermodurcissables.

Tableau I.2 : Comparaison entre quelques critères des résines TD et les résines TP.

Tableau I.3 : quelques caractéristiques mécaniques des résines polyesters insaturés, résines de condensation et époxyde.

Tableau I.4 : Caractéristiques mécaniques d'une « résine polystyrylpyridine »

Tableau I.5 : quelques compositions de verre E, D et R

Tableau (I.6) : avantages et inconvénient de la fibre du verre E, D et R

Tableau 1.7 : avantages et inconvénients des fibres de carbone

Tableau 1.8 : avantages et inconvénient de la fibre de kevlar

Tableau I.9 : quelques caractéristiques des fibres céramiques à base d'alumine

Tableau 1.10 caractéristiques principales de moulage sous vide

Liste des figures

Figure I.1. Constituant d'un matériau composite.

Figure I.2 : boucle de vie d'un thermoplastique

Figure I.3 : Boucle de vie d'un thermodurcissable.

Figure 1.4 : pigment

Figure 1.5 : colorant

Figure 1.6 : principaux matériaux de renforts

Figure 1.7 : Différentes échelles d'architectures

Figure I.8 : (a) mats a fibre discontinus, (b) mats a fibre continus

Figure I.9 : chaines et trames d'un tissu.

Figure I.10 : les principaux types d'armures utilisés pour le tissage des tissus.

Figure I.11 : les tricotes

Figure I.12 : tissage cylindrique et conique

Figure I.13 : tissus multidirectionnels

Figure I.14 : bobine de fibre de verre

Tableau I.5 : quelques compositions de verre E, D et R

Figure 1.15 : fibre de carbone fabriqué à partir du PAN

Figure I.16 : fibre de kevlar

Figure I.17 : Constitution et désignation d'un stratifié (0/45/90/-45/0)

Figure I.19 : Structure de base d'un sandwich

Figure I.18 : (a) âme creuse, (b) âme pleine

Figure I.20 : procédé de moulage au contact

Figure I.21 : procédé de moulage au contact par projection simultanée

Figure I.22: principe de moulage sous vide

Figure I.23 : procédé de transformation continu par pultrusion

Figure I.24 : moulage par injection de résine RTM (Résine Transfert Molding)

Figure 1.25 : procédé de fabrication par enroulement filamentaire

Figure II. 2 : Représentation schématique d'un composite unidirectionnel et de ses zones interfaciales .

Figure I-3 : *Schéma de la couche d'ensimage déposée sur des fibres de verre commerciales[19]*

Figure II.4 : interface dans les composites carbone résine

Figure II.5 : représentation de l'interface verre résine

Figure II.6 : Relation entre l'énergie superficielle (rapport des énergies liquide / solide) et la résistance mécanique des composites.

Figure III.1 les phases de l'endommagement : (a) matériau sain, (b) amorçage,

(c) croissance, (d) coalescence.

Figure III.2: Les différentes échelles d'observation de l'endommagement: illustration sur un matériau stratifié.

Figure III.3 : rupture transversale de la matrice

Figure III.4 : rupture des fibres

Figure III-5 : Mode de fissuration de la matrice (a) Mode disperse ; (b) Mode localise

Figure III.6: rupture des fibres

Figure III.7 : (a et b) défauts d'entaille, (c et d) des séries parallèles a l'axe de la fibre

Figure III.8 : décohésion de l'interface fibre/matrice

Figure III.9 : cas d'une interface très forte

Figure III.10 : cas d'une interface très faible

Figure III.11 : cas d'une interface relativement faible et assez forte.

Figure III.12 : processus de délaminage dans un composite stratifié.

Figure III.13 : Evolution du profil de chargement sur une fibre qui assure le pontage d'une fissure matricielle.

Figure III.14 : illustration d'un mécanisme de pontage.

Figure III.15 : Influence de la matrice sur le mode de rupture.

Figure III.16: Différents types d'endommagement.

Figure III.17 : Elément de fibre.

Figure III.18 : Contraintes au voisinage d'une rupture de fibre

Figure III.19 : courbe contrainte-déformation d'un composite unidirectionnel soumis a une traction longitudinale, dans le cas ($\epsilon_{fr} < \epsilon_{mr}$)

Figure III.20 : courbe contrainte-déformation d'un composite à matrice céramique soumis a une traction longitudinale, dans le cas ($\epsilon_{fr} > \epsilon_{mr}$).

Figure III.21 : fissure transverse dans un stratifié fibre de carbone/matrice époxyde

Figure III.22 : Rupture d'un composite soumis à une compression longitudinale.

Figure IV.1 : Rapport de la contrainte radiale à la contrainte longitudinale appliquée pour une fibre entourée de 6 voisines plus ou moins proches (V_f) : on passe d'un état de compression à un état de traction selon la direction observée.

Figure IV.2 : Modèles de Kelly/Tyson et de Cox des profils de contraintes de tension dans la fibre et de cisaillement à l'interface.

Figure IV.3 volume élémentaire représentatif

Figure IV.4 équilibre élastique de la matrice en cisaillement.

Figure IV.5 : Equilibre élastique d'une portion de fibre.

Figure IV.6 : Profils de contrainte dans la fibre (σ_f) et à l'interface (τ_i).

Figure IV.7 : Modèle de Kelly –Tyson.

Figure IV.8 : Modèle Mixte.

Figure IV.9 : Essai de compression a) test de MC Garry b) test de Broutman.

Figure IV.10 : essai de fragmentation

Figure IV.11 : Schéma de l'essai d'indentation, (a) avant, (b) pendant et (c) après, d'après MARSHALL, [1984].

Figure IV.12 : différentes configurations de pull-out : (a) Piggott 1986 (b) Favre 1981, (c) hampe 1990

Figure IV.13 : Essai de déchaussement en traction.

Figure IV.14 : géométrie de l'essai utilisée par Piggott

Figure IV.15 : modèle de Penn et Chou

Figure IV.16 : définition de la géométrie employée par Palley et Stevens

Figure IV.17 : Allure de la contrainte de cisaillement interfaciale en fonction de la distance par une origine (la méthode du pull out)

Figure IV.18 : équilibre des forces sur une section de fibre

Figure IV.19 : géométrie réelle de la goutte

Figure IV.20 : exemples de microgoutte de résine déposée sur une fibre de lin : (a) avant déchaussement, (b) et (c) après déchaussement

Figure IV.21 : Représentation de la longueur enchâssée

Figure IV.22 : Modélisation de la microgoutte.

Figure IV.23 : équilibre des forces sur une section de matrice

Figure IV.24 : équilibre d'un anneau unitaire d'une matrice

Figure IV.25 : Organigramme de programme de calcul de test de la goutte

Sommaire

Remerciements et dédicaces
Liste des tableaux
Liste des figures
Liste des symboles

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Chapitre I : généralités sur les matériaux composites

I-Introduction	2
I.1-Définition	2
I.2Caractéristique générale des matériaux composites	3
I.3 Type des matériaux composite	3
I.3.1 Les composites à grandes diffusions (G D)	3
I.3.2 les composite a haute performances (H P)	4
I.4 classification des matériaux composite	4
I.5 les constituants d'un matériau composite.....	5
I.5.1 la matrice.....	5
I.5.1 les matrices organiques.....	5
I.5.2 les matrices métalliques	11
I.5.3 Les matrices carbonées	12
I.5.4 Les matrices céramiques.....	12
I.6 les charges et additifs.....	12
1.7 Agents de renforts.....	15
1.7.1 Diverses formes de renforts.....	15
1.7.2 Les fibres	19
I.8 architecture des matériaux composites	23
I.9 procédés de mises en œuvre des matériaux composites.....	25
I.10 Les fonctions apportées par les matériaux composites dans les différents secteurs d'application	29
Conclusion.....	31

Chapitre II : les interfaces dans les matériaux composites

Introduction.....	32
II.1 Définition.....	32
II.1.1La zone interfaciale	33
II.2 Interphase.....	34
II.3 zone de contact : interface /interphase.....	34
II.4 Phases en présence.....	35
II.4.1 Nécessite de contact.....	35
II.4.2 Caractéristiques intrinsèques du renfort et du liant.....	35
II.4.3 Caractéristiques des phases pour une association optimale.....	35

II.5 observation de l'interface à l'échelle microscopique.....	38
II.6 Mécanisme de dégradation de l'interface.....	39
II.7 modèles de l'interface	40
II.7.1 modèles issu de l'analyse chimique ou physico-chimique.....	40
II.7.2modeles fondé sur la thermodynamique.....	41
II.7.3 Modèles mécaniques.....	42
II.7.4 Modèles de type énergétique.....	42
II.8 modèles d'adhésion	43
II.8.1 Aspects chimique.....	43
II.8.2 aspects physiques.....	43
II.8.3 aspects mécanique.....	44
II.9 analyse de l'interface fibre matrice	44
II.9.1 Analyses mécaniques macroscopiques sur composites industriels.....	44
II.9.2 analyse microscopique	45
II.9.3 Analyses physico-chimiques.....	45
II.9.4 Essais micromécaniques	45
Conclusion.....	46

Chapitre III : Mécanismes d'endommagements et de ruptures des composites

III. Introduction.....	47
III.1 Mécanismes d'endommagement des matériaux composite.....	47
III.2 Les échelles d'observation de l'endommagement.....	48
III.3 comportement a rupture des matériaux composites.....	48
III.3 Mécanisme de rupture dans les matériaux composites.....	49
II.4.1 fissuration matricielle	49
II.3.2 rupture de fibre.....	50
III.4.3 décohésion fibre/matrice	51
III.4.4 Délaminage	53
III.5 rôle du frottement a l'interface	53
III.6 le mécanisme de pontage.....	54
III.7 Influence de la matrice sur le mode de rupture	55
III.7.1 Mode de propagation de rupture de fibre.....	56
III.7.2 Mode d'endommagement cumulatif.....	56
III.8 composite unidirectionnel soumis à une traction longitudinale.....	58
III.9 Composite unidirectionnel soumis à une traction transversale	59
III.10 Résistance au cisaillement	60
III.11 Résistance en compression longitudinale	60
III.12 Résistance en compression transversale	61
Conclusion.....	62

Chapitre IV : simulation micromécaniques sur éprouvettes modèles

IV.1 Introduction.....	63
IV.2 Technique de mesure des grandeurs interfaciales.....	63
IV.3 Apport de la micromécanique.....	63
IV.4 État de contrainte à l'interface.....	64
IV.4.1 Contraintes locales moyennes.....	64
IV.4.2 Contraintes aux extrémités : (transfert de charges)	65
IV.4.2.1 transfert de charges	66
IV.4.2.1.1. Modèle de Cox : Transfert de charge élastique.....	67
IV.4.2.1.2 Modèle de Kelly-Tyson.....	70
IV.4.2.1.3 Modèle Mixte	71
IV.5 analyse micromécanique sur composites modèles mono-filamentaire	73
IV.5.1 essai de compression.....	73
IV.5.2 essai de fragmentation.....	74
IV.5.3 Essai de micro-indentation « push-through »	75
IV.5.4 Teste de déchaussement de microgoutte (pull-out)	76
IV.5.3.1 Principe du test de la goutte.....	76
IV.5.3. 2 Les différents modèles de test de la goutte	77
IV.5.4.3 Méthode de déchaussement (pull-out)	82
IV.5.4.4 Analyse des contraintes.....	84
IV.5.4.5 Présentation du programme de calcul.....	89
Résultats de la simulation numérique du test de la goutte.....	91
Interprétation des résultats (essai de la goutte)	95
Conclusion	96
 Conclusion générale	 97
Annexe.....	99
Références bibliographique.....	108

Introduction générale

Les matériaux composites, ou composites sont très recherchés pour leurs légèretés et leur robustesse comme alternative aux matériaux conventionnels, il trouve de nos jour de plus en plus d'applications dans la réalisation de pièces structurales de dimensions diverses dans de nombreux secteurs industriels tel que l'aéronautique et aérospatiale (où l'utilisation de ces matériaux c'est imposée et ne cesse de croître rapidement), navale, automobile, dans les industries mécaniques et électriques. Les plus répandus comportent une matrice organique, renforcée par des fibres. Pour les applications a haute températures, en fait appel à des composite carbone-carbone (fibre et matrice de carbone) ou céramique-céramique.

Les matériaux composites dépendent essentiellement des propriétés de ces constituants, la matrice, le renfort et de l'interface/interphase créée lors de la mise en œuvre du composite. La matrice assure la protection des fibres contre les agressions extérieures et la transmission d'efforts inter fibres. Le comportement mécanique des composites est donc lié à la nature des renforts mais aussi à la qualité de l'interface fibre/ matrice. Cette dernière conditionne donc les propriétés des composites. C'est pourquoi de nombreux essais mécaniques et micromécaniques ont été mis au point afin de caractériser cette interface.

Souvent considérée comme un point faible et au même temps élément essentiel du composite, la meilleure interface est bien celle qui confère au matériau final les mêmes propriétés optimales. Il est donc nécessaire d'arriver à définir l'optimisation des propriétés interfaciales pour un couple fibre/ matrice donné. Pour cela, l'objectif de ce travail consiste à étudier les différents modèles de caractérisation mécanique des interfaces se trouvant dans la bibliographie et la présentation du programme de simulation permettant d'optimiser le couple renfort/ matrice. L'application se portera particulièrement sur les matériaux composites à matrice organique.

Dans notre étude, nous considérons une caractérisation directe de l'interface, les approches micromécaniques ont essentiellement pour but de faire comprendre le rôle des paramètres tel que la longueur de la fibre, le taux de renforcement et la réponse mécanique de l'interface. Elle nous donne aussi une idée sur le niveau d'adhésion à l'interface et le mode de rupture entre la fibre et la matrice.

Notre choix s'est porté sur le test de la goutte, préféré au pull-out en raison de la possibilité théorique d'étudier des systèmes de forte adhésion ; ce qui est a priori le cas de notre système.

Chapitre I

Introduction aux matériaux composites

I-Introduction :

Dans de nombreux domaines tel que l'aéronautique, l'aérospatiale, l'automobile, le génie civil, les transports, le médical, etc..., l'utilisation des matériaux composites est en constante progression en vu de leurs : légèreté, résistance mécanique et chimique, liberté de mise forme. Cet engouement n'est pas un hasard mais un développement judicieux soutenu par des intérêts techniques et économiques.

Les matériaux composites sont des assemblages de deux ou plusieurs produits élémentaires non miscibles de natures différentes. La complémentarité des différents constituants permet d'aboutir à un matériau hétérogène et fortement anisotrope dont les performances sont supérieures à celles des constituants de base (pris séparément).

I.1-Définition :

On définit un matériau composite par un assemblage intime d'au moins deux corps non miscible, la matrice et le renfort (figure I.1). En plus de ces deux constituants de base il faut rajouter une interface qui assure la compatibilité renfort-matrice, qui transmet les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement relatif. Des produit chimique entre aussi dans la composition du composite, l'interphase etc ... qui peuvent jouer sur le comportement mécanique, mais n'interviennens pratiquement jamais dan le calcule des structure composite.

[1 ; 2]

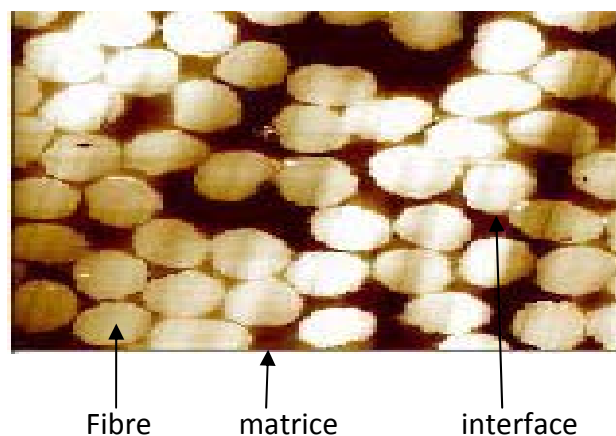


Figure I.1. Constituant d'un matériau composite.

Les caractéristiques mécaniques des composites ne sont réellement connues qu'après fabrication, car en réalise, on même temps le matériau et le produit. Contrairement aux matériaux classiques dont les caractéristiques mécaniques sont connues à l' avance.

Actuellement, les composites a matrice organique représentent plus de 99% des matériaux composites ; toute fois il existe également des composites à matrices inorganiques (métallique ou céramique) dont la diffusion reste encore marginale [4].

I.2 Caractéristique générale des matériaux composites :

Un matériau composite consiste dans le cas le plus générale d'une ou plusieurs phases discontinues appelé (**renfort**) ou (**matériau renforçant**) réparties dans une phase continue qui est la (**matrice**). Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride [3].

- **Le renfort**, dont le rôle est d'assurer la fonction mécanique et qui se présente sous la forme de fibres continues ou discontinues dont l'orientation au sein du matériau composite peut être liée à la sollicitation mécanique de la pièce.
- **La matrice**, dont les fonctions sont de réaliser la liaison entre les renforts de manière à répartir les sollicitations et ainsi d'assurer la protection de ces renforts vis-à-vis des agents agressifs extérieurs et de donner la forme à la pièce.

Ces deux constituants principaux peuvent recevoir des additifs ou charges nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice [5].

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier la nature des constituants et leurs propriétés, la géométrie du renfort et sa distribution, ainsi que la nature de l'interface fibre-matrice.

La concentration du renfort est habituellement mesurée par la fraction volumique ou par la fraction massique ; cette concentration est un paramètre déterminant des propriétés du matériau composite

Pour une concentration donnée, la distribution du renfort dans le volume du composite est également un paramètre important, car, une distribution uniforme assurera une homogénéité du matériau ; ceci dit, que les propriétés du composite seront indépendantes du point de mesure. Dans le cas contraire, c'est-à-dire, une distribution non uniforme du renfort, provoquera la rupture du matériau dans les zones pauvres en renfort, diminuant ainsi la résistance du composite.

Dans le cas de matériau composite dont le renfort est constitué de fibres, l'orientation des fibres détermine l'anisotropie du matériau composite. Cet aspect constitue une des caractéristiques fondamentales des composites qui est la possibilité de contrôler l'anisotropie du produit finie par une conception et une fabrication adaptées aux propriétés souhaitées [3].

I.3 Type des matériaux composite :

Suivant les caractéristiques de la matrice et des renforts, on distingue généralement deux grandes familles :

I.3.1 Les composites à grandes diffusions (G D)

Peu onéreux, qui occupe une large part du marché. Les GD représentent 95% des composites utilisés. Ce sont en générale des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort avoisine les 30%.

Dans 90% des cas l'anisotropie n'existe pas ou n'est pas métrisée car les renforts sont des fibres courtes. Les principaux constituants de base sont les résines polyester avec des fibres de verre [2].

I.3.2 les composite a haute performances (H P)

Principalement utilisés dans l'aéronautique, les H P sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont les renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques des (H P) sont largement supérieures à celle des métaux traditionnels. Ils sont constitués de résine époxyde renforcées par des fibres longues de verre, mais surtout de carbone ou d'aramide [2].

I.4 classification des matériaux composite [3]

Les matériaux composites peuvent être classés suivant la forme et la nature des composants :

I.4.1 classification suivant la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes :

a. Composite à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort de ce dernier se trouve sous forme de fibre. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibre continue, soit sous forme de fibre discontinue (fibres coupées, fibre courtes, etc). l'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leur comportement mécanique. L'arrangement des fibres, leurs orientations permettent de moduler les propriétés mécaniques des matériaux composites fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

b. composite à particules

un matériau composite est un composite à particules si le renfort se trouve sous forme de particule, ces dernières sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charge pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques mécaniques.

Ainsi les composite à particules recouvre un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

I.4.2 classification suivant la nature des constituants

La classification des composites suivant la nature des constituants s'avère industriellement plus adéquate. On distingue trois catégories :

a. Les composites à matrices organiques (résine charges), avec :

- des fibres minérales : verre, carbone ;
- des fibres organiques : kevlar, polyamide ;
- des fibres métalliques : bore, aluminium.

b. Les composites à matrices métalliques (alliages légers et ultras légers de l'aluminium, de magnésium, de titane), avec :

- des fibres minérales : carbone, carbone de silicium (sic) ;
- des fibres métalliques : bore ;
- des fibres métallo minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium.

c. Les composites à matrices minérales (céramiques), avec :

- des fibres métalliques : bore ;
- des particules métalliques : cermets ;
- des particules minérales : carbures, nitrures ;

Leur limites d'utilisation dans le domaine de la température est de :

- 200°C à 300°C pour les composites à matrice organique ;
- 600°C pour les composites à matrice métallique ;
- 1000°C pour les composites à matrice céramique.

I.5 les constituants d'un matériau composite

Les constituants de base d'un matériau composite sont : la matrice et le renfort

I.5.1 la matrice

La matrice permet de lier les fibres de renforts, de répartir les contraintes, d'apporter la tenue chimique de la structure et de donner la forme désirée au produit final. Elle assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales (acides, humidité, *corrosion*, etc.). La matrice est elle-même composée d'une résine (polyester, époxyde, etc.) et de charge dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de la production. Le choix de la matrice dépend de l'utilisation à laquelle est destinée le matériau. On distingue donc plusieurs familles de matrices [3] :

I.5.1 les matrices organiques

Faites de matières plastiques, elles sont désignées sous le vocabulaire plus large de résines, qui se subdivisent principalement en deux groupes ; résine thermoplastique et résine thermodurcissable :

a. Les résines thermoplastiques (TP)

Appelées communément les plastiques, généralement associées avec les fibres de verre ou de carbone. Ce sont des polymères à chaînes linéaires, très répandus et peu coûteux, dont le produit final est destiné à des utilisations de grande diffusion. Une résine thermoplastique désigne une matière qui se ramollit d'une façon répétée lorsqu'elle est chauffée au-dessus d'une certaine température, mais qui, au-dessous, redevient dure ; une telle matière conservera donc toujours de manière réversible sa thermo-plasticité initiale. Cette qualité rend les thermoplastiques potentiellement recyclables (après broyage) figure I.2. Cela implique que le polymère ramolli ne soit pas thermiquement dégradé et que les contraintes mécaniques de cisaillement introduites par un procédé de mise en forme ne modifient pas la structure moléculaire. Elles sont fréquemment utilisées seules, sans renfort et sans charge, et il ne s'agit, dans ce cas, de matériaux composites [3 ; 8].

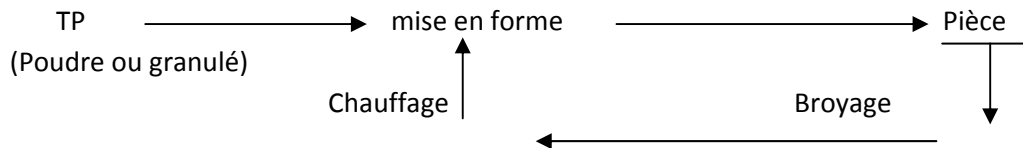


Figure I.2 : boucle de vie d'un thermoplastique

Ceux dont on observe une modification spectaculaire des propriétés lorsqu'on les additionne d'un renfort, sont appelés les technopolymères. Leur mise en œuvre se fait en générale par injection à haute pression.

Parmi les résines thermoplastiques on peut citer [6] :

- Le polypropylène, PP ;
- Le polyethersulfure, PES ;
- Le polyoxyméthylène, POM ;
- Le polyétheréthercétone, PEEK ;
- Les polyesters saturés, PETP, PBTP ;
- Le polyétherimide, PEI ;
- Le polycarbonate, PC ;
- Le polyamide-imide, PAI ;
- Les polyamides, PA ;
- Les polymères cristaux liquides, PCL.

L'intérêt des thermoplastiques réside dans leur faible coût, disponibilité de la matière et la facilité de mis en œuvre mais ayant des propriétés mécaniques et thermomécaniques faibles.

b. Les résines thermodurcissables (TD)

Après polymérisation par apport de chaleur en présence d'un catalyseur, ces résines conduisent à une structure géométrique qui ne peut être détruite que par un apport important d'énergie thermique. Ainsi les résine thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques.

Contrairement aux résines thermoplastiques, les résines thermodurcissables ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois ; les produits finis ne pourront plus être fondus (sans dégradation) par un chauffage éventuel, donc non recyclable (figure I.3).

Du fait de ces caractéristiques plus élevées, les résinés thermodurcissables sont les plus employées actuellement dans la mise en œuvre des matériaux composites [3].

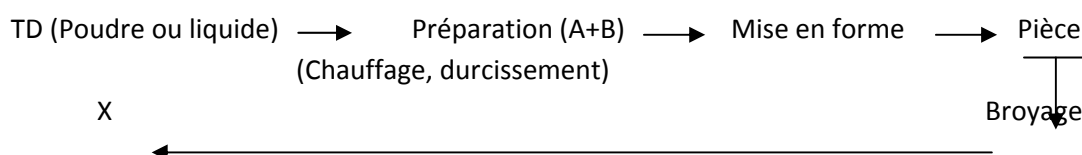


Figure I.3 : Boucle de vie d'un thermodurcissable.

Les tableaux (I.1 et I.2) représentent quelques caractéristiques des résines TP et TD ainsi que leurs comparaisons suivant quelques critères [10] :

Matrices résineuses		ρ_m Kg/m ³	E_m MPa	G_m MPa	ν_m	σ_m MPa	A %	α 10 ⁻⁵ °C ⁻¹	T_{max} °C
Thermodurcissables	Epoxyde	1200	4500	1600	0.4	130	2(100°C) 6(200°C) 2.5	11	90 à 200
	Phénolique	1300	3000	1100	0.4	70		1	120 à 200
	Polyester	1200	4000	1400	0.4	80	2.5	8	60 à 200
	Polycarbonate	1200	2400			60		6	120
	Vinylester	1150	3300			75	4	5	>100
	Silicone	1100	2200			35			100 à 350
	Uréthane	1100	700 à 7000			30	100		100
	Polyimide	1400	4000 à 19000	1100	0.35	70	1	8	250 à 300
Thermoplastiques	Polypropylène	900	1200			30	20 à 400	9	70 à 140
	Polysulfure de phénylène	1300	4000			65	100	5	130 à 250
	Polyamide	1100	2000			70	200	8	170
	Polyéther sulfone	1350	3000			85	60	6	180
	Polyéther imide	1250	3500			105	60	6	200
	Polyétherét hercétone	1300	4000			90	50	5	140 à 250

Tableau I.1: Caractéristiques des résines thermoplastiques et thermodurcissables.

Critères essentiels	Matrice TP	Matrice TD
Etat de base	Solide (prêt à l'emploi : polymérisé)	Liquide visqueux à polymériser
Stockage matière de base	Illimité	Temps réduit (précautions à prendre)
Moulage	Chauffage (fusion + refroidissement de fixation)	Chauffage continu
Cycle	Plus long (refroidissement)	Court
Tenue au choc	Assez bonne	Limité
Tenue thermique	Réduite	Meilleure
Chutes et déchets	Recyclables	Perdus
Mouillabilité des renforts	Difficile	Aisées

Tableau I.2 : Comparaison entre quelques critères des résines TD et les résines TP.

Les principaux résinés thermodurcissables sont :

1- les résines polyesters insaturées

Sont des polymères résineux durables dérivés du styrène. Elles sont habituellement utilisées en hominisant avec une matière de renforcement telle que de la fibre de verre pour former un plastique renforcé de fibres, lequel possède d'excellentes caractéristiques. Elles sont plus répandues par le fait que :

- ♦ coût de production relativement bas ;
- ♦ adaptation à des procédés de fabrication faciles à mettre en œuvre et à automatiser ;
- ♦ diversité offrant de multiples possibilités ;
- ♦ bonne rigidité ;
- ♦ bonne stabilité dimensionnelle ;
- ♦ bonne mouillabilité des fibres et des tissus ;
- ♦ facilité de mise en œuvre ;
- ♦ bonne tenue chimique ;
- ♦ bonne résistance chimique aux hydrocarbures à la température ambiante.

On compte plus de 12 types de résine polyester, dont les résines orthophtaliques (les plus courantes), les résines tetrahydroptaliques pour les usages alimentaires, les résines isophtaliques pour l'industrie chimique. Ces résines ont une très bonne aptitude à imprégner les fibres de verre à un prix peu élevé et un durcissement assez rapide.

Parmi les inconvénients dans l'utilisation de ces résines, on retient :

- ♦ tenue médiocre en température < à 120 °C en service continu ;
- ♦ sensibilité à la fissuration essentiellement dans le cas de chocs ;
- ♦ retrait important (8 à 10) % ;
- ♦ mauvais comportement à la vapeur, à l'eau bouillante avec risque d'hydrolyse, d'où la nécessité de recouvrir les matériaux composites à résines polyesters d'une couche de « gel-coat » de manière à les rendre étanches ;
- ♦ dégradation à la lumière par les rayons ultraviolets ;
- ♦ inflammabilité.
- ♦

2- Résines de condensation

Elles comportent les résines phénoliques, les aminoplastes et les résines furaniques

• Les résines phénoliques

Elles sont les plus anciennes des résines thermodurcissables dont la plus connue est la bakélite.

Parmi les avantages nous citerons :

- Excellente stabilité dimensionnelle ;
- Bonne tenue à la chaleur et au fluage ;
- Bonne résistance aux agents chimiques ;
- Faible retrait ;
- Bonnes caractéristiques mécaniques ;
- Faible prix de revient.

Et parmi les inconvénients :

- Faible cadence à la mise en œuvre sous pression ;
- Couleur foncée des résines ;
- Non adaptation à l'utilisation d'emballage alimentaire.

• Les résines aminoplastes

Elles ont des caractéristiques voisines de celles des résines phénoliques avec comme avantages :

- la possibilité d'utilisation d'emballage alimentaire ;
- la possibilité de les colorer.

• Les résines furaniques

Elles ont les caractéristiques ci-dessus avec un prix de revient trois fois plus élevé mais présentent les avantages de :

- durcissement rapide ;
- grande inertie vis à vis des agents chimiques corrosifs.

3- Les résines époxydes

Généralement utilisées sans charge, ce sont des matrices de composites à hautes performances, elles ne représentent cependant que 5% du marché composite à cause de leurs prix élevés. Du fait de leurs caractéristiques mécaniques, il s'agit de produits performants qui rentrent dans un très grand nombre d'applications, dont certains sont d'un niveau technique incontestablement élevé : (construction aéronautique, espace, missiles, etc.). Les résines époxydes conduisent donc à un ensemble de performances élevées. Toutefois, pour bénéficier réellement de ces performances, il est nécessaire d'avoir des durées de transformation et surtout de recuit très longues à des températures élevées (50 à 100°C).

Parmi les avantages des résines époxydes, nous retiendrons :

- Bonnes propriétés mécaniques (traction, compression, flexion, choc, fluage...) supérieures à celles des polyesters ;
- Bonne tenue aux températures élevées (150 à 190) °C en service continu ;
- Excellente résistance chimique ;
- Faible retrait au moulage (maximum 1%) ;
- Excellente mouillabilité des renforts ;
- Excellente adhérence aux matériaux métalliques.

Parmi les inconvénients, nous citerons :

- Prix de revient élevé (4 à 5) fois plus chères que les polyesters ;
- Temps de polymérisation long ;
- Sensibles à la fissuration ;
- Exigent certaines conditions lors de la mise en œuvre.
-

Le tableau (I.3) illustre quelques caractéristiques mécaniques des résines sus-citées :

	Résines polyesters insaturés	Résines de condensation	Résines époxydes
Masse volumique	1200 kg/m ³	1200 kg/m ³	110 à 1500 kg/m ³
Module d'élasticité en traction	2,8 à 3,5 GPa	3 GPa	3 à 5 GPa
Module d'élasticité en flexion	3 à 4,5 GPa		
Contraintes à la rupture en traction	50 à 80 MPa	40 MPa	60 à 80 MPa
Contraintes à la rupture en flexion	90 à 130 MPa	90 MPa	100 à 150 MPa
Allongement à la rupture en traction	2 à 5%	2,5%	2 à 5%
Allongement à la rupture en flexion	7 à 9%		
Résistance en compression	90 à 200 MPa	250 MPa	
Résistance au cisaillement	10 à 20 MPa		30 à 50 MPa
Température de fléchissement sous charge	60 à 100°C	120°C	290°C

Tableau I.3 : quelques caractéristiques mécaniques des résines polyesters insaturés, résines de condensation et époxyde.

4- les résines thermostables

Les résinés thermostables présentant des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures élevées (supérieur à 200°C) appliquées de façon continue. Nous retrouvons dans ces résines les thermoplastiques et les thermodurcissables.

Développées surtout dans le domaine de l'aviation et de l'espace, où les laboratoires cherchent à mettre au point de nouvelles résines plus performantes, et on distingue :

a- Résines polyimides

Ce sont des résines à haute résistance thermique mais à des prix très élevés. Ces résines permettent d'obtenir des matériaux composites à des résistances supérieures à 250°C. Elles sont obtenues par condensation (procédé d'élaboration américain) et par addition (procédé français).

Avantage :

- Bonnes performances mécaniques ;
- Excellente tenue à la température en continu (300 °C) et jusqu'à (500 °C) en pointe ;
- Bon comportement au froid (≤ -150 °C) ;
- Bonne résistance chimique aux solvants organiques ;
- Bonne tenue au fluage et résistance à la fatigue.

Inconvénients

- Vieillissement par hydrolyse en présence de la vapeur d'eau ;
- Décomposition par hydrolyse en milieu alcalin ;
- Transformation difficile ;
- Prix élevé.

b. Résine polystyrylpyridine

C'est une résine thermodurcissable élaborée par l'O.N.E.R.A (Office Nationale d'Etudes et de Recherches Aérospatiales), et le tableau (I.4) présente les caractéristiques mécaniques de cette résine. [4]

Masse volumique	1140 kg/m ³
Contrainte à la rupture en flexion	100 MPa
Module d'élasticité	2.5 GPa
Stabilité thermique jusqu'à	300 °C

Tableau I.4 : Caractéristiques mécaniques d'une « résine polystyrylpyridine »

I.5.2 les matrices métalliques

La température maximale d'utilisation des polymères étant peu élevée, et le carbone risquant de s'oxyder à plus de 500°C, il faut parfois envisager d'utiliser des matrices dont l'inertie chimique est meilleure à plus haute température. Puisque certains métaux ou alliages métalliques peuvent éventuellement satisfaire à cette exigence, on a donc recours à ces matrices dans des conditions pareilles [4].

Et elles présentent comme avantages :

- des propriétés mécaniques supérieures ;
- tenue en température élevée ;
- résistance à l'attaque de certains solvants.

I.5.3 Les matrices carbonées

La production d'une matrice de carbone repose sur le même principe que celui utilisé pour fabriquer les fibres de carbone, (carbonisation d'une matière organique à haute température). Les matrices en carbone sont constituées de grains de carbone pyrolytique qui se déposent à chaud sur les fibres, ce qui assure une liaison mécanique entre celles-ci et colmate les vides laissés entre elles. On obtient ainsi un matériau composite dont la masse volumique se rapproche de celle du carbone massif [4].

I.5.4 Les matrices céramiques

Grâce à leurs propriétés intrinsèques (réfractaire, rigidité, résistance et bonne stabilité chimique), les céramiques sont potentiellement des matériaux capables de bien jouer le rôle de matrice dans des matériaux composites ; dans ce cas, les fibres de renfort ont principalement pour but d'améliorer la ténacité de telles matrices, ainsi que leur résistance aux chocs thermiques [4].

Les techniques d'incorporation des fibres de renfort aux céramiques doivent tenir compte des procédés de fabrication spécifiques à celles-ci (en particulier, le frittage). On extrude la matrice (sous forme de poudres), qui contient un liant, et les fibres alignées dans une filière. Le liant durcit, ce qui permet d'assurer une cohésion suffisante de la matrice, ainsi que sa manipulation. On fritte ensuite cette matrice à haute température.

I.6 les charges et additifs [30]

Des charges et additifs peuvent être incorporés à la résine afin de lui conférer des caractéristiques particulières. La quantité ajoutée peut varier de quelques dizaines de % dans le cas des charges à quelques % et moins dans le cas des additifs. L'addition de ces produits a pour fonction soit d'améliorer les caractéristiques mécaniques et physiques du produit fini, soit de faciliter la mise en œuvre ou encore, d'en réduire le coût.

1.6.1 les charges

On désigne sous le nom de 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, de réduire le coût de revient du matériau transformé. Utilisée en forte concentration qui ont pour effet principal de modifier les propriétés physiques du produit fini. Les matrices thermosensibles ont toujours contenu des charges de nature et de formes variées, à des taux souvent élevés pouvant atteindre 60% en masse.

Le choix d'une charge pour une application donnée dans un matériau composite doit être fait en fonction :

- de la compatibilité avec la résine de base ;
- de la mouillabilité ;
- de l'uniformité de qualité et de granulométrie ;
- du bas prix de revient.

On retrouve :

a) charges renforçantes

Leurs incorporation est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Et on trouve

Les charges sphériques : leurs intérêt essentiel et de répartir régulièrement les efforts et éviter les concentrations de contraintes dans la masse du composite.

Elles se présentent sous forme de microbille pleine ou creuse, ayant un diamètre généralement compris entre 10 et 15 μm , et elles peuvent être en verre, en carbone ou en matière organique.

Les charges non sphériques : le mica est le plus utilisé, il est incorporé sous forme d'écailles de dimensions de 100 à 150 μm , et d'épaisseur de 1 à 20 μm . Le mica est ajouté à des résines thermoplastiques ou thermodurcissables, pour des applications électriques ou électroniques.

b) Charges non renforçantes

Ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances de ces dernière, soit d'améliorer certaines propriétés des résines.

Charges de faible coût

Généralement, l'incorporation de ces charges dans les résines à pour effet d'augmenter, la viscosité, la densité, le module d'élasticité, la dureté ainsi que la stabilité dimensionnelle, et une diminution de la résistance à la traction et à la flexion.

Les principales charges sont :

- Les carbonates : de loin les charges les plus utilisées ;
- Les silicates : le talc, le kaolin et le wollastonite.

Charges ignifugeantes

Ce sont des produits qui ajoutés à des résines réduisent ou empêchent les phénomènes de combustion. Nous pouvons citer les produits suivants :

- les hydrates d'alumine : qui retard la propagation de la flamme et empêche le dégagement de fumée opaque en absorbant une grande partie de l'énergie par la vaporisation d'eau qu'il contient ;
- Oxyde d'antimoine : plus cher et plus lourd, et pose des problèmes de toxicité lors de la manipulation, ce qui fait qu'il est moins utilisé.

Charges conductrice et antistatiques

Elles permettent d'augmenté la conductivité thermique, électrique du polymère (matrice organique). Les principales charges utilisées sont :

- Des poudres ou paillettes métalliques, (cuivre, fer aluminium, etc.) ;

- Des microbilles de verre métallisées (cuivre, argent) ;
- Des particules de carbone (noir de carbone) ;
- Des filaments métalliques.

On appelle adjuvants les substances mélangées physiquement aux polymères, destinées à modifier ou améliorer leurs comportements rhéologiques lors de leurs transformations, ou bien les propriétés d'usage du matériau. Les adjuvants sont des composés organiques, organométalliques, souvent de faible masse moléculaire par rapport à celle du polymère et utilisés en faible concentration.

1.6.2 Les additifs

Ils confèrent de nombreuses fonctions techniques au composite, et adaptent finement ses propriétés aux besoins du concepteur. Ils interviennent comme :

Catalyseur

Accélérateur

Durcisseur

} pour améliorer les réactions chimiques et augmenter le rendement, et
favorise la réticulation des chaînes

Stabilisant : destiné à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables d'altération de la structure.

1.6.2.1 lubrifiant et agent de démoulage

On distingue :

Le lubrifiant interne : facilite le façonnage par modification des forces de cohésion, ce qui diminue la viscosité de la résine sans altérer ses propriétés.

Le lubrifiant externe : agit à la surface de la résine pour réduire sa tendance à coller au contact des équipements (moules).

Certains produits peuvent combiner les deux fonctions

1.6.2.2 pigment et colorant

Obtenues à partir d'oxydes ou de sels métalliques, les pigments sont des produits insolubles se présentant sous forme de poudre ou de paillette. Figure (1.4)

Les colorants sont des composés organiques solubles dans un solvant adapté. Leur emploi est limité, du fait d'une mauvaise tenue chimique et thermique. Figure (1.5)



Figure 1.4 : pigment



Figure 1.5 : colorant

1.6.2.3 additifs anti-retraits et agent de fluage

Additifs dits «low profile » et « low shrink ». Ils sont produits le plus souvent à base de thermoplastique ou d'élastomère, sous forme de poudre ou surtout en dilution dans du styrène. Ces produits améliorent également le fluage de la matière au cours des transformations. Avec un additif « low profile » mis en quantité plus importante, on aboutit à un aspect de surface très identique à celui de la tôle.

1.6.2.4 additifs anti-ultraviolets

Leur fonction est de protéger le matériau des rayons ultraviolets qui sont les plus énergétiques du spectre du rayonnement solaire. Ils ont pour rôle d'absorber l'énergie reçue.

1.7 Agents de renforts [3,9]

Constitue l'armature du matériau composite, ils se présentent le plus souvent sous forme fibreuse ou filamenteuse, ils confèrent au composite leurs caractéristiques mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.). Toutefois, à l'exception du mica, les agents de renforts les plus utilisés se présentent sous forme de fibres, et constituent une fraction volumique du matériau composite généralement comprise entre (30 à 70%). La figure(1.6) présente les principaux matériaux de renforts.

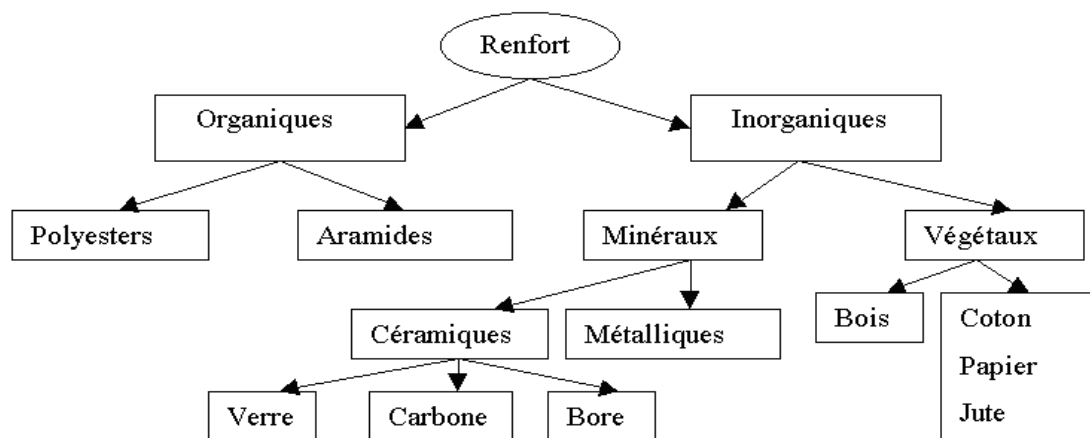


Figure 1.6 : principaux matériaux de renforts

1.7.1 Diverses formes de renforts

Les fibres se présentent sous diverses formes commerciales, linéiques (fils, mèches,...etc.), tissés surfaciques (tissus simples, mats,...etc.), multidirectionnelles (tresses, tissus complexes,...etc.). Figure (1.7)

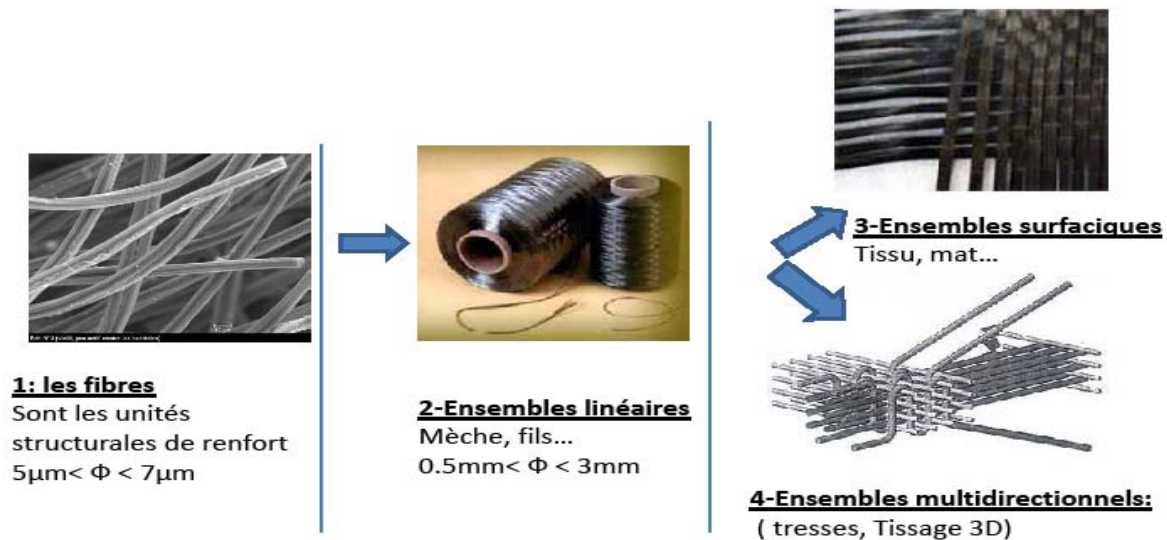


Figure 1.7 : Différentes échelles d'architectures

A. forme linéique

Elaborées suivant un diamètre de quelques micromètres (une dizaine), et ne peuvent par conséquent être utilisées sous forme unitaire. La fibre unitaire est généralement appelée filament élémentaire ou mono-filament elles sont réunies en fils ou en mèches de différente forme :

- fil de base : ensemble de filaments élémentaires ;
- fil simple : ensemble de fils de base unitaires continus ou discontinus ; maintenus ensemble par torsion ;
- fil retors : ensemble de fils simples retordus ensemble ;
- fil câblé : ensemble de fils retors, avec éventuellement des fils simples retordus une ou plusieurs fois ensemble ;
- mèches : ensemble de fibres élémentaires discontinues ;
- stratifil : ensemble de fils de base continus.
-

L'unité de masse linéique est le tex ($1 \text{ tex} = 1 \text{ g/km}$).

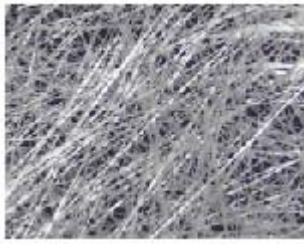
B. Forme surfacique

Les fils peuvent être utilisés pour réaliser des formes surfaciques, dite aussi structure bidirectionnelle, il s'agit d'un assemblage de fibres sous forme de mèches, orientées suivant deux directions généralement perpendiculaires. Et en retrouve :

• Les mats

Sont des nappes de filaments continus ou discontinus, figure (I.8). Sans orientation préférentielle, 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. La différence entre les mats à fibre coupés et les mats à fibre continus se situe essentiellement au niveau de leur propriété de déformabilité.

Ils sont largement utilisés dans des différentes applications (boîtes électroniques, navires...)



(a)



(b)

Figure I.8 : (a) mats à fibre discontinus, (b) mats à fibre continus

- **Les tissus et rubans**

Ensemble surfacique, fabriqués par entrecroisement des fils (mèches) dans deux directions perpendiculaires (chaîne et trame) figurent (1.9)

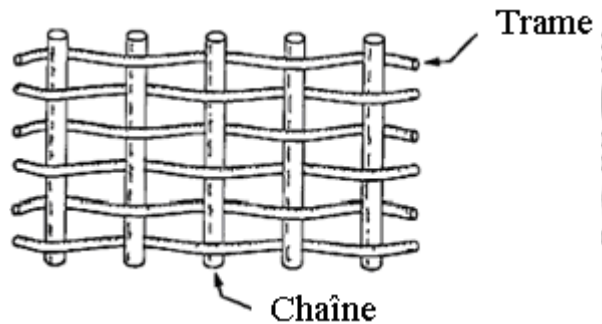


Figure I.9 : chaînes et trames d'un tissu.

Les tissus diffèrent par le type de fils utilisés, et par le mode d'entrecroisement (armure) des fils de chaînes et des fils de trame. La figure (I.10) illustre les armures classiques utilisées.

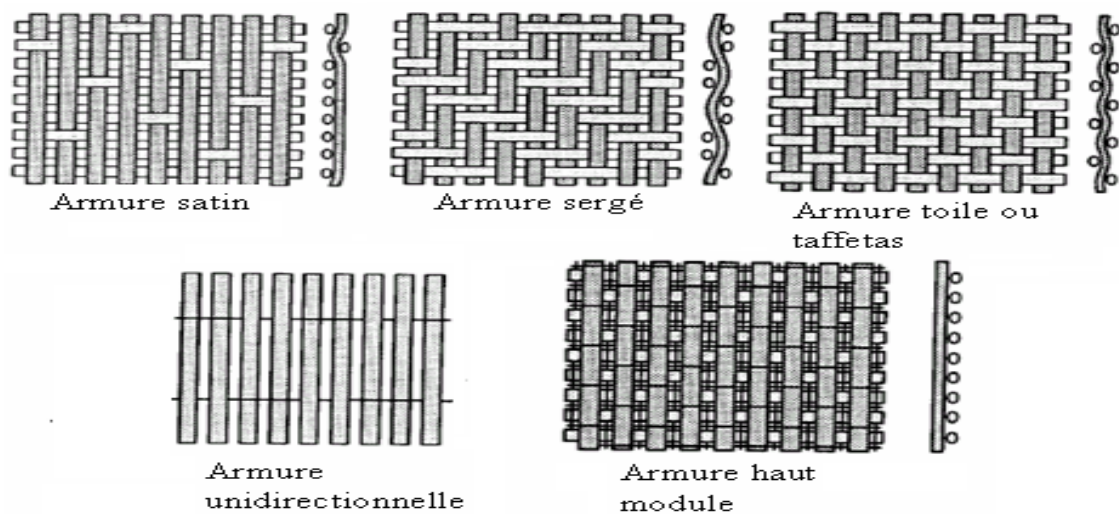


Figure I.10 : les principaux types d'armures utilisés pour le tissage des tissus.

- **Les tricote**

Formés par bouclage de un ou plusieurs fils et ils sont caractérisés par leurs très grande déformabilité. Figure (I.11).

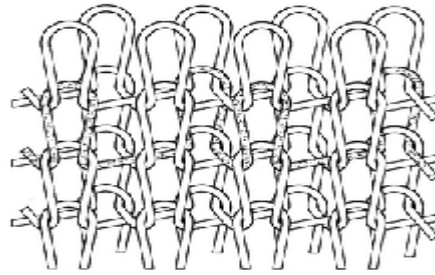


Figure I.11 : les tricotes

C. Formes multidirectionnelles

En plus des tissages plans, divers formes sont apparus sur le marché

- **Tresses et préformes**

Représenté par un tissage cylindrique ou conique d'un tissu tubulaire. Les fils s'entrecroisent en hélice, cela permet d'ajuster la tresse a la forme quelle doit recouvrir. Ce qui offre la possibilité de la réalisation d'une pièce de révolution ayant un diamètre variable le long de son arc. Divers tissus peuvent être obtenus en forme : cylindrique, conique figure (I.12), ogivale ou hémisphérique, utilisé pour satisfaire les besoins de la construction aéronautique et aérospatiale (cônes de rentré, tuyères).

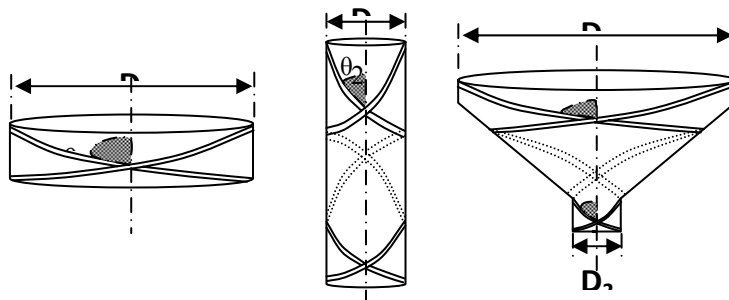


Figure I.12 : tissage cylindrique et conique

- **Tissus multidirectionnels**

Permet d'obtenir un tissu très dense et épais, mais par conséquent peu souple, caractérisé par le nombre de direction du tissu dont les plus utilisé sont a trois dimensions. En retrouve aussi des tissages 4, 5, voir même a 6 dimensions qui peuvent être adapté a des pièces de révolutions (tuyère, turbine) Figure (I.13).



Figure I.13 : tissus multidirectionnels

1.7.2 Les fibres

Les fibres se présentent sous forme de filament, qui apporte des propriétés mécaniques importantes aux matériaux composites. Toutefois les caractéristiques les plus recherchées sont : caractéristique mécanique élevée, masse volumique faible, bonne compatibilité avec la résine, facilitée de mise en œuvre, faible coût, etc.

1.7.2.1 les principales fibres

1.7.2.2 les fibres de verre

Obtenu à partir d'une silice et additifs, le verre est coulé en fusion à 1250°C à travers une filière. Ce procédé nous permet d'élaborer des fibres continues par étirage mécanique dont le diamètre est compris entre 7 et 25 μm Figure (I.14) [6].

Suivant les applications auxquelles elles sont destinées, elles sont représentées en trois catégories :

- **Fibre E** pour les composites grandes diffusions
- **Fibre D** pour les applications dans la construction électrique
- **Fibre R** pour les composites hautes performances

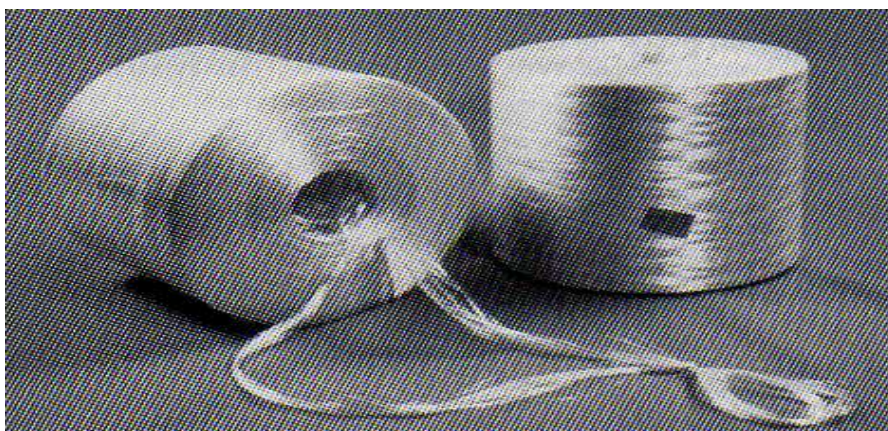


Figure I.14 : bobine de fibre de verre

Le tableau suivant représente quelque composition de verre E, D et R

Constituants		Composition en masse %		
		E	D	R
Silice	SiO ₂	53 – 54	73 – 74	60
Alumine	Al ₂ O ₃	14 – 15,5	-	25
Chaux	CaO	20 – 24	0,5 – 0,6	9
Magnésie	MgO	20 - 24	0,5 – 0,6	6
Oxyde de bore	B ₂ O ₃	6,5 - 9	22 – 23	-
Fluor	F	0 – 0,7		
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	< 1	0,1- 0,2	-
Oxyde de titane	TiO ₂	<1	0,1 – 0,2	
Oxyde de sodium	Na ₂ O	< 1	1,3	
Oxyde de potassium	K ₂ O	< 1	1,5	

Tableau I.5 : quelques compositions de verre E, D et R

1.7.2.2.1 avantages et inconvénients

avantages	Inconvénients
✓ bon rapport de performance mécanique/prix ✓ bonne résistance spécifique (rapport résistance à la traction/densité.) ✓ bonne adhérence avec toutes les résines (existence d'ensimage) - incombustibilité ; ✓ dilatation et conductivité thermiques faibles	✓ faible module (fragile par rapport à l'aramide et Carbone). ✓ Vieillissement au contact de l'eau (problème pour les navires)

Tableau (I.6) : avantages et inconvénient de la fibre du verre E, D et R

1.7.2.3 Les fibres de carbone

Les fibres de carbone ont de très fortes propriétés mécaniques, ce qui explique leurs utilisations dans les composites à haute performance. Elaborées à partir d'un polymère de base appelé **précurseur** dont les plus utilisées sont des fibres acryliques élaborées à partir du polyacrylonitrile (PAN). Les procédés actuels utilisent des mèches de filaments acryliques assemblés sans torsion ; et leur font subir quatre traitements successifs : une oxydation, une carbonisation, une graffitassions et un traitement de surface [30].

La densité des fibres est de l'ordre de 1,8, et le diamètre des filaments et généralement de 6 à 7, µm. Figure (I.15) Suivant les conditions de fabrication, il existe toute une variété de fibre de carbone, on retrouve trois types :

- Les fibres hautement résistante HR, ou a haute ténacité HT ;

- Les fibres à module intermédiaire IM ;
- Les fibres a haute module HM.

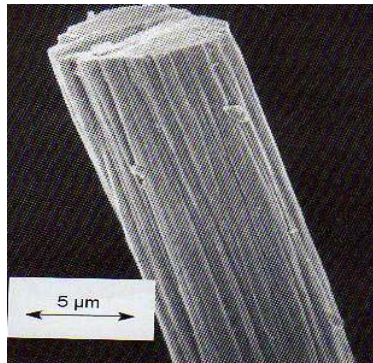


Figure 1.15 : fibre de carbone fabriqué à partir du PAN

1.7.2.3.1 avantages et inconvénients des fibres de carbone

Avantages	Inconvénients
✓ Excellentes propriétés mécaniques ✓ Très bonne tenue en température ✓ Dilatation thermique nulle ✓ Faible densité, inférieur à 2 ✓ Bonne tenue à l'humidité ✓ Magnétisme et perméabilité au rayon X ✓ Usinabilité aisée ✓ Bonne conductibilité thermique et électrique	✓ Prix très élevé ✓ Tenue limité au choc et a l'abrasion ✓ Mauvais comportement chimique avec l'oxygène (à partir de 400°C), les acides oxydants a chaud, et avec les métaux (corrosion galvanique) ✓ Adhésion difficile avec les résines ✓ Précaution à prendre dans la mise en œuvre (fibres cassantes)

Tableau 1.7 : avantages et inconvénients des fibres de carbone

1.7.2.4 Les fibres d'aramide

Généralement connues sous le nom de kevlar (marque déposée de leur société créative),se sont des fibres synthétiques a base de polyamides ou polyamide aromatiques, dont la structure est constituée de noyaux benzéniques reliés par des groupes CO et HN. L'élaboration des fibres aramides est effectuée par synthèse à basse température, puis par filage en solution. Les fibres sont ensuite étirées et traitées thermiquement pour augmenté leurs module d'élasticité [3].

Elles ont un diamètre d'environ 12 μm, un module d'élasticité de 820 GPa et une densité de 1,44 g/cm² (figure : I.16). Actuellement il existe deux types de produit :

- Les fibres haut module kevlar 49r et twaron HM r
- Les fibres standard kevlar29r twaronR et HM50(1)

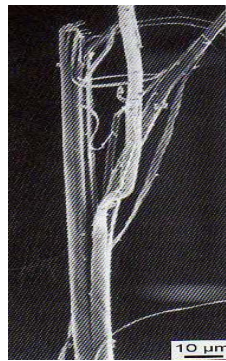


Figure I.16 : fibre de kevlar

1.7.2.4.1 avantages et inconvénients des fibres de kevlar

Avantages	Inconvénients
✓ Grande résistance au choc, à l'impact et à la fatigue ✓ Résistance a la rupture en traction spécifique ✓ Bon inertie chimique vis-à-vis des carburants ✓ Dilatation thermique nulle ✓ Très faible densité	✓ Prix élevé ✓ Faible résistance avec les résines d'imprégnation ✓ Faible résistance à la compression ✓ sensibilité aux UV ✓ Usinabilité difficile ✓ Reprise d'humidité importante (4%) ✓ Résistance a l'étuvage avant imprégnation ✓ Décomposition a 400°C

Tableau 1.8 : avantages et inconvénient de la fibre de kevlar

1.7.2.5 Les fibres céramiques

Diverses fibres de matériaux réfractaires ou céramiques peuvent être élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Leur prix de revient est très élevé. Le tableau(I.9) donne quelques caractéristiques des fibres céramiques à base d'alumine[3].

Caractéristiques	Alumine (Al_2O_3)	Aluminosilicate (Al_2O_3, SiO_2)	Borosilico-aluminate (Al_2O_3, SiO_2, B_2O_3)
E [MPa]	300 à 390	190 à 250	150 à 200
ρ [Kg/m ³]	3400 à 3950	3100 à 3200	2700 à 3100
σ_R [MPa]	1500 à 2000	2100 à 2200	1700 à 1800

Tableau I.9 : quelques caractéristiques des fibres céramiques à base d'alumine

Il existe diverses autres fibres utilisées pour des applications particulières. Ces fibres sont généralement à faible module et faible contraintes a la rupture, excepté les fibres métalliques. Généralement leurs utilisations sont réservées dans le domaine de la recherche pour améliorer les caractéristiques suivantes :

- Produit a bas pris de revient ;
- Haute isolation thermique ;
- Bonne conductibilité électrique et thermique :
- Haute absorption acoustique.

Et parmi ces fibres en trouve : les fibres d'origine végétale, minérale, les fibres synthétiques et métalliques.

I.8 architecture des matériaux composites

L'ensemble des procédés mis en œuvre montre la prépondérance d'une conception des pièces en matériaux composite qu'on trouve sous forme :

- De surface : plaques, coques.
- Stratification de couches successives.
-

I.8.1 quelque définition sure l'architecture des matériaux composite

a. Renfort unidirectionnel

Fibres de renforcement longues disposées dans une seule direction (sauf indication contraire, le renfort est supposé continu).

b. Tissus

Assemblage de mèches entrelacées.

c. Renfort dispersé

Fibres disposées sans direction préférentielle, ou réparties aléatoirement sur une surface (sauf indication, les fibres sont supposées coupées et de quelques centimètres de longueur) – autre dénomination mat.

d. Pli

Nappe élémentaire dans la constitution d'un stratifié.

e. Couche

Ensemble de plis identiques empilés dans la même direction.

I.8.2 stratifiés

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouche ayant chacune une orientation propre par rapport à un référentiel commun au couche et désignée comme le référentiel du stratifié figure I.17). Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations, permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques. On pourra avoir des stratifiés de type, équilibré, symétrique et orthogonal [3].

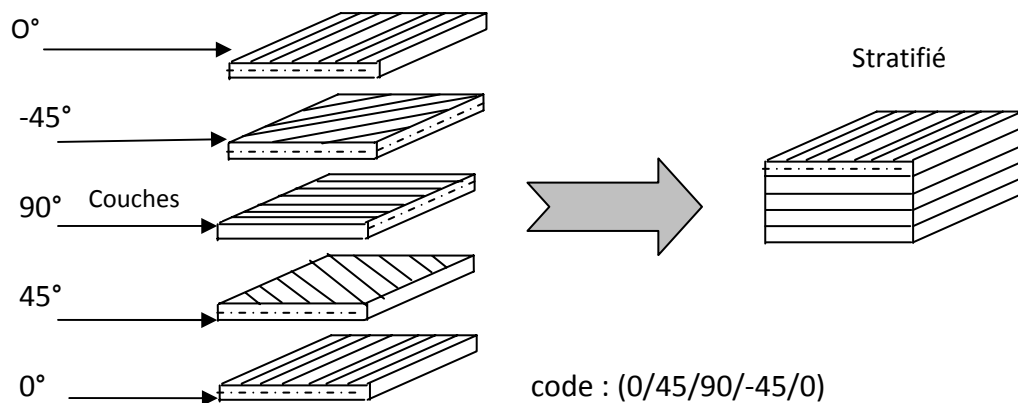


Figure I.17 : Constitution et désignation d'un stratifié (0/45/90/-45/0)

On retrouve aussi

- **Stratifié symétrique** : dont le plan moyen et plan de symétrie
- **Stratifié hybride** : constitué de couche successives comportant des fibres de natures différentes.

I.8.3 composites sandwichs

Matériaux composés de deux semelle (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) qui peut être creuse ou pleine, figure (I.18) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure de grande légèreté. Et c'est un excellent isolant thermique, Figure (I.19).

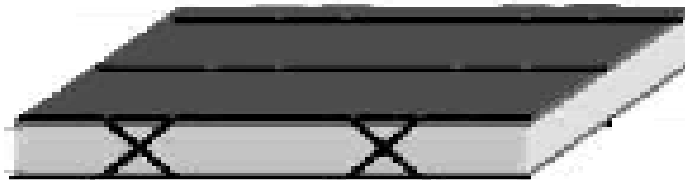


Figure I.19 : Structure de base d'un sandwich

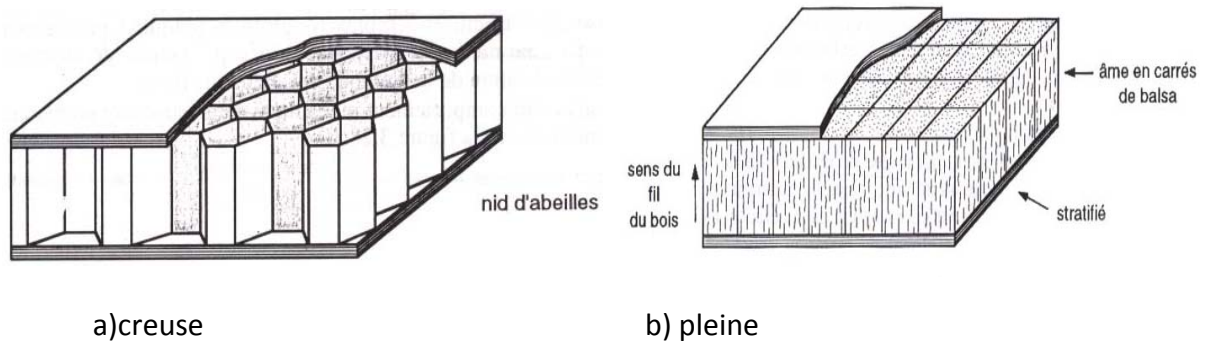


Figure I.18 : (a) âme creuse, (b) âme pleine

I.9 procédés de mises en œuvre des matériaux composites

I.9.1 moulage au contact

Le moulage au contact figures (I.20, I.21) est utilisé pour les composites « grande diffusion » ; le procédé consiste à déposer sur la forme [40]:

- une couche de surface (gel coat) et des catalyseurs de polymérisation ;
- alternativement des couches de renforts (mats ou tissus) imprégnés au rouleau d'une résine polymérisant dans des conditions proches de l'environnement ambiant de l'atelier.

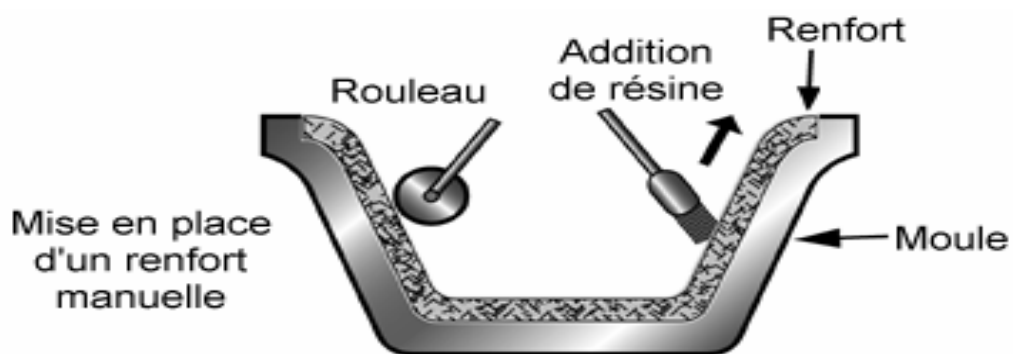


Figure I.20 : procédé de moulage au contact

➤ La projection simultanée

La résine catalysée et les fibres de renfort coupées sont projetées simultanément au moyen d'un pistolet sur une forme.

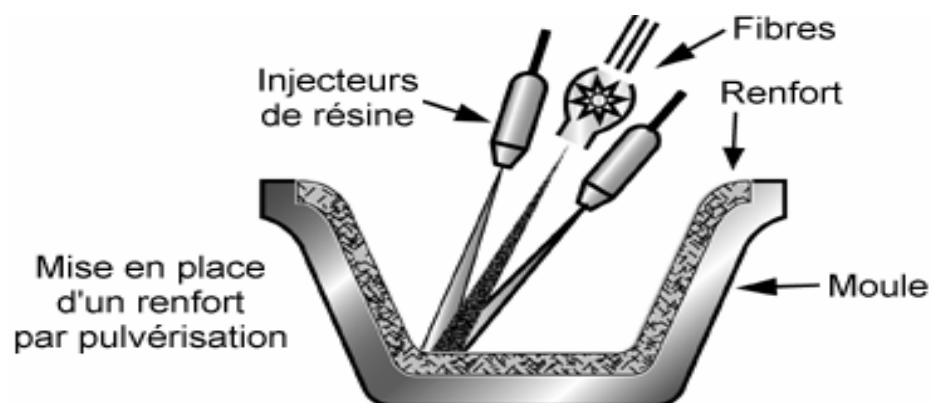


Figure I.21 : procédé de moulage au contact par projection simultanée

I.9.2 Moulage sous vide

Ce procédé appelé aussi moulage en dépression ou moulage au sac figure (I.22). On utilise un moule ouvert sur lequel on dispose les couches de renfort imprégné, ainsi éventuellement que les âmes de remplissage lorsqu'il s'agit de matériaux sandwichs. Une feuille de plastique vient couvrir le tout hermétiquement (pose d'un joint d'étanchéité sur le périmètre de la pièce). On fait le vide sous la feuille [9].

Il y a alors compactage de la pièce, élimination des bulles d'air, fluage de l'excédant de résine qui est absorbée par un tissu de pompage. L'ensemble est ensuite soumis à polymérisation.

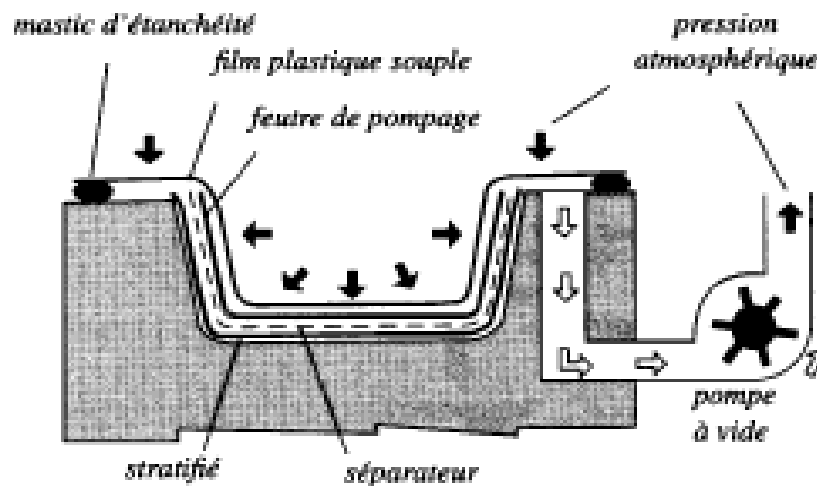


Figure I.22: principe de moulage sous vide

❖ Cas d'utilisation

- production en petites séries de pièces nécessitant deux faces lisses ;
- amélioration des conditions de travail et d'hygiène (réduction des émanations de styrène).

❖ Caractéristiques principales

Les caractéristiques principales de moulage sous vide sont données par le tableau (I.10).

Avantages	Limites
-Deux faces lisses, éventuellement gel coatées -Qualité non tributaire de la main d'œuvre -Qualité constante -Bonne cadence de production - Nécessite peu de surface -Investissements très modérés -Bonnes conditions de travail et d'hygiène	- Possibilités de formes plus réduites qu'au contact - Mise au point parfois difficile

Tableau 1.10 caractéristiques principales de moulage sous vide

I.9.3 procédé de transformation continu

I.9.3.1 La pultrusion

Le procédé de transformation en continu, dit pultrusion, permet de fabriquer par une opération unique et continue le matériau composite et le produit fini sous forme de profilés

longs. En effet, le renfort filamentaire est imprégné de résine puis formé par traction à travers une filière chauffée qui assure la polymérisation. La figure (I.23) présente le principe de la pultrusion. Les cadences de production sont de l'ordre d'un mètre de profilé par minute [40].

La pultrusion utilise :

- ✓ des fibres de verre (GD) ou de carbone (HP) avec des taux de renforts de 50 à 80% ;
- ✓ des résines polyester (GD) ou époxy (HP).

Les principales applications des matériaux composites réalisés par la pultrusion concernent des profilés destinés à :

- ✓ la construction civile et industrielle (plates-formes des ponts, signalisation, échelles) ;
- ✓ les sports et loisirs : cannes, clubs, perches ;
- ✓ les constructions électriques : isolantes électriques.

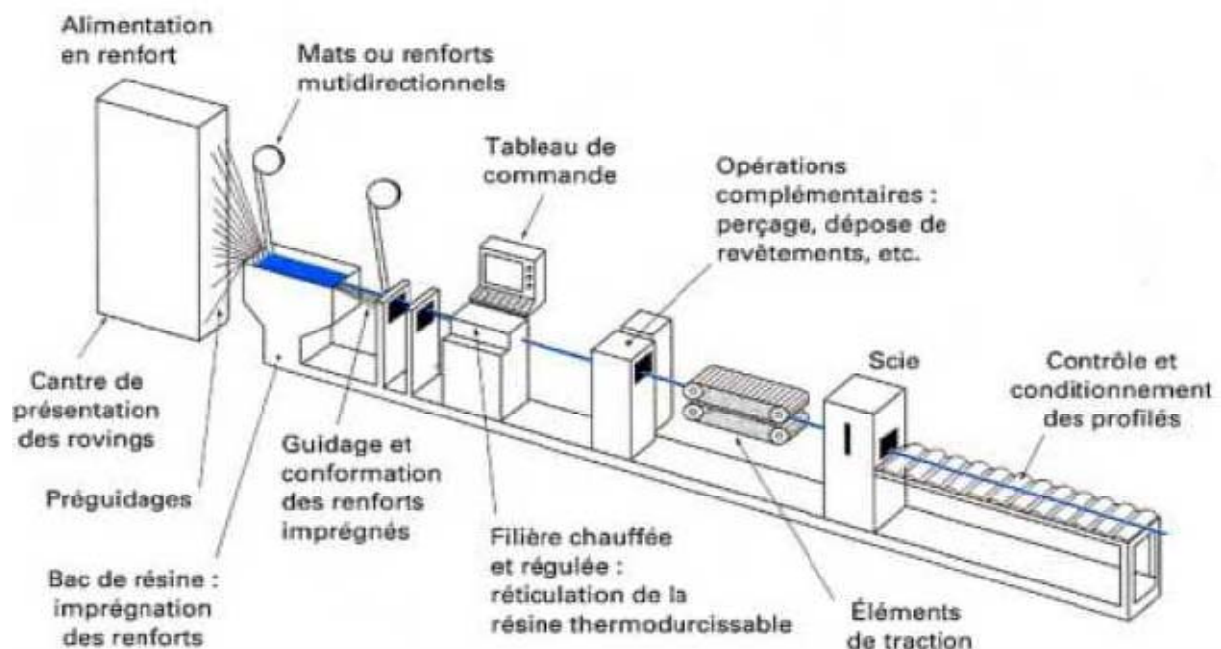


Figure I.23 : procédé de transformation continu par pultrusion

I.9.4 moulage par pression

I.9.4.1 moulage par injection de résine RTM (Résine Transfert Molding)

Le moulage par injection de résine liquide s'effectue entre moule et contre moule rigide. Le renfort (mats, préforme, éventuellement tissus) est déposé dans l'entrefer du moule. Une fois celui-ci solidement fermé, la résine, accélérée et catalysée, est injectée sous faible pression (1.5 à 4 bars), figure (I.24). Elle imprègne progressivement le renfort puis elle durcit. Ce procédé permet de réaliser des pièces profondes et de formes compliquées.

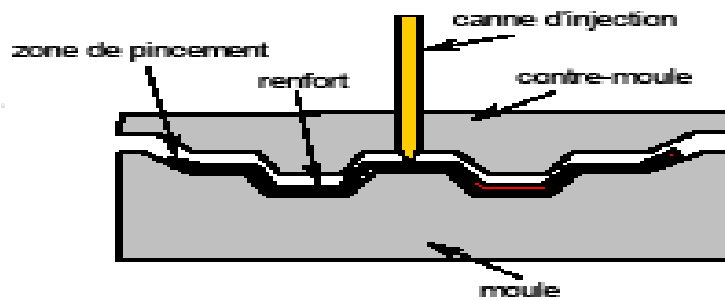


Figure I.24 : moulage par injection de résine RTM (Résine Transfert Molding)

Il existe encore d'autres types comme :

- moulage par compression semi-produit thermodurcissable ;
- l'imprégnation en continu ;
- Injection des thermoplastiques renforcés ;
- procédé d'estampage ;
- procédé d'injection par réaction de R-Rim.

I.9.5 procédé de fabrication des formes de révolution

I.9.5.1 procédé d'enroulement filamentaire

Il consiste à enrouler avec une légère tension sur un mandrin cylindrique ou de révolution en rotation figure (I.25), et le renfort est imprégné dans une résine catalysée, suivant le mouvement relatif du mandrin on distingue [40]:

- l'enroulement circonférentiel, hélicoïdal, discontinu ou continu ;
- l'enroulement polaire.

Ce procédé est utilisé pour la fabrication des pièces pouvant résister aux pressions internes (réservoirs, corps de propulseurs).

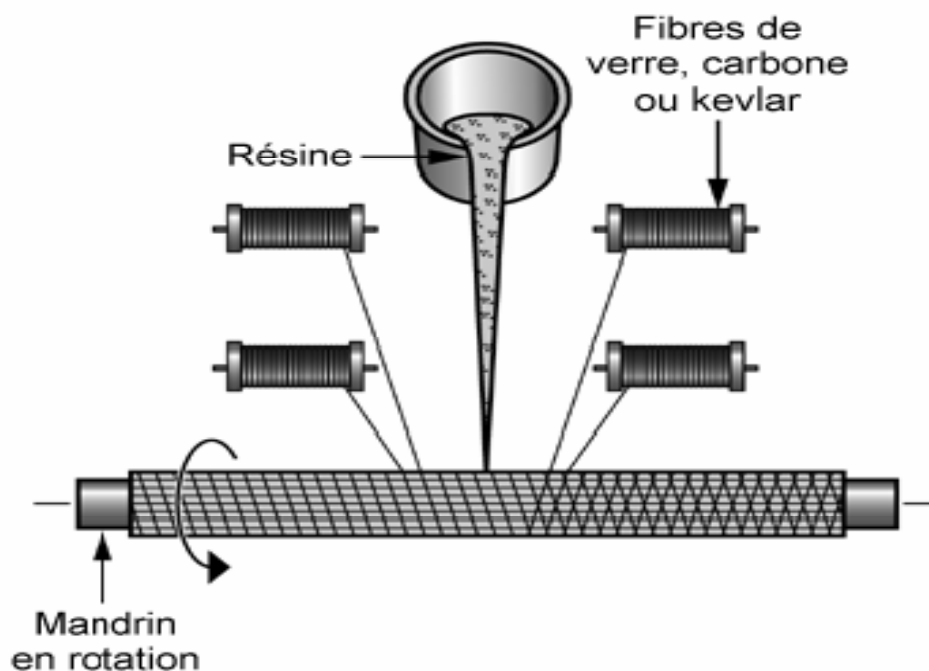


Figure 1.25 : procédé de fabrication par enroulement filamentaire

I.10 Les fonctions apportées par les matériaux composites dans les différents secteurs d'application

I.10.1 Les composites et la construction électrique

En utilisant les propriétés remarquables des matériaux composites, la construction électrique réalise des équipements fiables, aux fonctions multiples et à longue durée de vie.

Les caractéristiques propres aux matériaux composites permettent de répondre à des besoins liés à la sécurité, tels que :

- Leur propriété d'isolant électrique pour les supports de rail, les noyaux de transformateurs, les coupe-circuits.
- Leur transparence aux ondes électromagnétiques pour les radômes (guidage d'ondes).
- Leur résistance au feu (boîtiers de disjoncteurs).
- la résistance aux températures élevées des composites à matrice polyesters (radiateurs d'intérieur surmoulés sur insert métallique).

I.10.2 Les composites dans les équipements de sports et loisirs

Les composites permettent d'augmenter sur mesure les performances et la fiabilité des articles de sports. Ils permettent d'accroître la longévité des articles de sport, sans réparation, pendant toute leur durée de vie.

I.10.3 Les composites dans le secteur médical

L'utilisation des composites permet d'augmenter la fiabilité et la précision des instruments grâce à :

- Une meilleure résistance aux chocs ;
- Une grande rigidité pour les instruments chirurgicaux de précision (guides de perçage auparavant en Inox, prothèses) ;
- Une bonne résistance à la corrosion (prothèses, brancards).

I.10.4 Les composites et la construction nautique

L'allègement des structures est le principal apport des composites utilisés dans la construction nautique.

I.10.5 Les composites et la construction industrielle

L'utilisation des matériaux composites peut contribuer à améliorer la sécurité de certains sites industriels sensibles et faciliter la conception des bâtiments.

Les composites permettent d'augmenter la fiabilité et la longévité des équipements en raison de leurs qualités :

- De résistance à l'humidité (éoliennes) ;
- D'isolation thermique ;

- De résistance aux attaques chimiques et à la corrosion (réservoirs de produits chimiques, oléoducs) ;
- De rigidité et de résistance mécanique aux fortes pressions (réservoirs jusqu'à 700 bars, conduites jusqu'à 100 bars) et aux secousses sismiques pour les conduites de centrales nucléaires.

I.10.6 Les composites dans la construction civile

Les composites apportent au bâtiment la souplesse des formes, la résistance aux contraintes climatiques, et les composites renforcés de fibres de carbone la résistance aux séismes.

Les composites permettent de mieux protéger les bâtiments contre les agressions extérieures grâce à leurs qualités :

- De résistance à la corrosion, qui justifie l'utilisation des composites dans la réhabilitation des ponts aux Etats Unis et en Grande Bretagne ;
- D'étanchéité et d'isolation thermique (panneaux isothermes) ;
- D'isolation phonique ;
- De bonne tenue aux variations climatiques, de température et d'humidité (dômes, maisons mobiles).

I.10.7 Les composites dans le ferroviaire

Dans le secteur ferroviaire, la facilité de conception et le bon comportement au feu sont les principaux atouts des matériaux composites.

Les composites permettent une grande liberté de conception pour des pièces d'habillage aux formes complexes en 3D (pas de profil plan) :

- Pièces extérieures : nez de TGV, faces avant de métros ;
- Pièces d'intérieur : tablettes, sièges.

I.10.8 Les composites et l'automobile

Les composites apportent au secteur de l'automobile une facilité d'entretien, une grande liberté de conception et un allègement pour les constructeurs.

I.10.9 Les composites dans l'aéronautique

L'aéronautique utilise les composites « hautes performances » pour la fabrication de pièces de structure primaire des appareils en raison de leur légèreté et de leur souplesse de forme.

Les composites facilitent et réduisent la maintenance des appareils (par exemple les pales d'hélicoptère en métal doivent être remplacées toutes les 50 heures ; celles en composites, après plusieurs mois d'utilisation) grâce à :

- Leur résistance à la corrosion ;
- Leur résistance à la propagation des fissures ;
- Leur excellente tenue à la fatigue.

Conclusion

L'aperçu qu'on a fait jusqu'à maintenant sur les matériaux composites reste toujours insuffisant, et pour mieux connaître leur comportement mécanique qui est un paramètre très important dans l'étude des matériaux, on fait appel à l'étude de leurs propriétés mécaniques qui dépendent fortement des caractéristiques de la zone interfaciale. Il apparaît donc important d'étudier cette entité qu'est l'interface dans le chapitre II.

Chapitre II

***Les interfaces dans les
matériaux composites***

I. Introduction

Ce chapitre a pour objet l'interface qui se forme spontanément lorsque deux phases sont mises en présence l'une de l'autre au moment de l'élaboration et qui se maintient entre ces deux phases pendant toute la vie du matériau. On admettra comme préalable que l'interface n'est pas seulement une simple discontinuité entre les deux phases du matériau hétérogène ou leur juxtaposition mais ; qu'elle consiste d'une manière ou d'une autre en la combinaison des portions éventuellement altérées de l'une et/ou l'autre des deux phases ; que ces phases sont éventuellement nettement séparées par une zone de réaction ou par un constituant volontairement interposé entre.

Contrairement aux constituants, qui peuvent faire l'objet d'un cahier des charges et être soumis à des contrôles précis, l'interface, issue de leur interaction, échappe en partie aux efforts d'analyse et de prévision. L'élaborateur se procure la meilleure fibre et la meilleure résine, personne ne peut lui garantir que la meilleure interface résultera automatiquement de leur association. Nous nous intéresserons dans cette partie à l'interface matrice/renforts dans les composites à renforts fibreux et matrice organique.

II.1 Définition

L'interface est la troisième phase qui se forme au moment de l'élaboration du matériau composite et que son comportement dans les conditions de service n'est pas réductible à celui des phases constituantes. Plusieurs fonctions essentielles pour le fonctionnement harmonieux du matériau peuvent être lui attribuées.

A priori, l'interface assure la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tout le matériau en transmettant les efforts de la matrice au renfort, et aussi, protégé l'une ou l'autre phase en empêchant, par exemple, la formation de porosités ou l'accumulation d'humidité.

L'interface joue donc un rôle prépondérant dans la tenue du composite lorsque il est soumis à des contraintes, il assure la compatibilité renforts/matrice en transmettant les contraintes de l'un sur l'autre, sans déplacement relatif.

À l'échelle macroscopique l'interface est une surface sans épaisseur qui peut être classée en deux groupes [20] :

- Les interfaces non liées : dans le cas de faibles liaisons fibre/matrice, les modèles supposent que les fibres et la matrice ne sont pas ou plus physiquement liés sur une certaine distance, et le déplacement relatif entre les deux se fait avec frottement.
- Les interfaces liées : créées par l'association des composants de base (renfort/matrice). Le déplacement de la fibre coïncide à celui de la matrice d'où une parfaite adhésion entre fibre et matrice. Les déformations des deux constituants sont élastiques.

Des études à une échelle microscopique ont montré que, le matériau composite ne résulte pas de la simple juxtaposition de ces constituants mais bien de leur association interactive. Ainsi la notion d'interphase apparaît pour désigner la zone interrassiale tridimensionnelle, ayant une structure et une composition particulière.

II.1.1 La zone interfaciale

Les composites à fibres sont généralement composés de deux matériaux aux propriétés mécaniques différentes et de deux interfaces: fibre/ensimage et résine/ensimage. L'ensimage est une opération de lubrification réalisée en sortie de filière sur les fils de base. Le filament est revêtu d'une pellicule d'ensimage constituée, en général, d'une dispersion aqueuse de divers composés chimiques présentant chacun une fonction bien définie. Cet ensimage est ensuite enlevé et remplacé par l'ensimage définitif à base de silane pour accrochage.

Il forme donc une interface qui constitue et assure la continuité. Elle peut être considérée comme un troisième constituant avec des propriétés mécaniques particulières, si son épaisseur n'est pas négligeable.

La contrainte appliquée sur la matrice est transmise à la fibre par l'intermédiaire de l'interface. Ses propriétés ont donc une influence importante sur les propriétés du composite. L'interface joue un rôle primordial dans la résistance à la propagation des fissures [14].

***Évaluation du taux volumique d'interphase[4]**

Considérons un composite à fibres longues, de longueur L , composé de n fibres, parfaitement alignées, de rayon r et de taux volumique v_f . On peut, en première approche, représenter les zones interfaciales par des cylindres d'épaisseur e entourant chaque fibre comme une gaine, figure (II.2).

Le volume occupé par les fibres vaut :

$$V_f = n\pi r^2 L \quad (II.1)$$

Celui occupé par l'interphase :

$$V_i = nL\pi((r+e)^2 - r^2) = nL\pi e(2r+e) = V_f e(2r+e)/r^2 \quad (II.2)$$

Prenons le cas d'un composite contenant 60% de fibres en volume avec des fibres de rayon $r=3,5\mu\text{m}$ (fibre de carbone). L'épaisseur typique de l'interphase peut, varier entre 10 et 100 nm. Nous avons alors :

Pour	$v_f = 60\%$	
	$r = 3,5\mu\text{m}$	$\longrightarrow 0,34 \leq v_i \leq 3,5\% \text{ (% en volume)}$
	$10 \leq e \leq 100\text{nm}$	

Ceci signifie que l'interphase représente entre 1 et 9% de la quantité totale de polymère du composite (matrice et interphase).

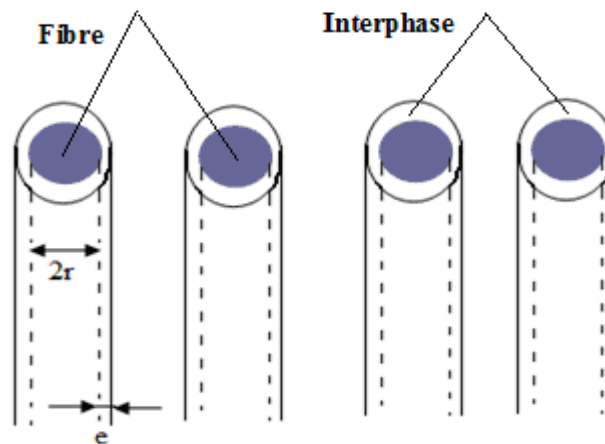


Figure II. 2 : Représentation schématique d'un composite unidirectionnel et de ses zones interfaciales .

Cette quantité est donc faible à très faible. Pourtant, il est bien admis aujourd'hui que ses effets sur le comportement global du composite ne sont pas négligeables, même sous des sollicitations qui, parfois, ne semblent même pas la mettre en cause.

II.2 Interphase

L'interphase est un milieu continu qui peut être une zone de réaction chimiquement formée par des constituants du composite lors de son élaboration, ou une fine couche introduite volontairement dans le but de protéger la fibre ou de contrôler la liaison interfaciale.

Elle joue un rôle fondamental dans le comportement mécanique des composites car elle est le siège des mécanismes d'interaction entre les fibres et la matrice. Elle permet d'optimiser les phénomènes de déviation de fissures, de transfert de charge fibre/matrice et parfois même de ralentir l'accès de l'oxygène jusqu'à la fibre.

II.3 zone de contact : interface /interphase

L'interface se formant au cours du procédé même d'élaboration du composite, et le contrôle de ce procédé est d'importance majeure pour l'industriel ; (contamination des surfaces, phénomènes de diffusion, gradients thermiques, etc.), sont autant de paramètres qui influent sur la constitution de l'interface. Celle-ci peut être le lieu où se concentrent les défauts de toutes sortes constituant ce que Bikerman [15] a appelé couches limites faibles (weak boundary layers) ; (porosité et humidité, couches de réaction formées de produits fragiles, gradients de contrainte ou de composition, modifications de texture cristalline, etc.)

Toute une théorie de l'adhésion fibre/matrice a pu être élaborée par Bikerman à partir d'une classification des principaux défauts susceptibles d'être rencontrés. Bien que la caractérisation de l'interphase apparaisse délicate, la prise en compte de cette région s'avère indispensable pour une meilleure compréhension du comportement des composites, plusieurs propriétés du matériau composite lui sont attribuées [11].

II.4 Phases en présence

II.4.1 Nécessite de contact

C'est une exigence élémentaire, tout le procédé d'élaboration du matériau tend à faciliter, voire à forcer, un contact intime, sans interposition d'éléments étrangers (malaxage, imprégnation, infiltration sous pression, etc...) [15].

II.4.2 Caractéristiques intrinsèques du renfort et du liant

Quelles que soient les fonctions assignées à l'interface, elles ne peuvent être remplies que si les constituants eux-mêmes donnent satisfaction. Les composites obtenus à partir de certaines fibres polymères comme les aramides ou le polyéthylène haut module présentent des caractéristiques faibles en compression, en flexion, ou en cisaillement. D'après Jean-Paul Favre [16] le rapport des contraintes à rupture compression /traction est de 0,75, 0,57 et 0,2 pour des composites carbone /résine, verre /résine et Kevlar /résine respectivement. La faiblesse de ce dernier composite a pour origine la structure hétérogène des fibres aramides qui ont une tendance naturelle à se déchausser.

Ainsi, même si la liaison de la surface de la fibre avec la matrice est bonne, il est clair que la résistance sera limitée par la cohésion de la fibre. Un cas semblable se rencontre avec certaines variétés de particules d'alumine ; elles ont une structure lamellaire de faible cohésion qui favorise leur clivage en cas de rupture du polymère chargé. L'interface n'est le plus souvent pas en jeu. Les composites verre/résine ont vu en quelques années leurs performances en cisaillement interlaminaire (on induit, par un essai de flexion sur appuis rapprochés, un cisaillement entre les couches dont la valeur est en partie tributaire de l'adhésion fibre /matrice) croître de 50 à 110 MPa [15] au fur et à mesure de l'introduction de résines plus résistantes. Ce résultat est d'ailleurs surtout significatif de l'ambiguïté de cet essai pour apprécier la qualité de l'interface.

II.4.3 Caractéristiques des phases pour une association optimale

Lorsque leur qualité propre n'est pas en jeu, les phases ne vont former un ensemble harmonieux et donner le matériau attendu que si l'interface résultant de leur association remplit pour sa part les fonctions attendues. Un préalable est donc de s'assurer que les surfaces qui vont se trouver en contact présentent les qualités requises, en s'intéressant aux caractéristiques qui vont se trouver a priori concernées :

- les caractéristiques de surface pour les charges ou le renfort ;
- l'ensemble de leurs propriétés pour la matrice ou le liant.

Ces caractéristiques sont les seules à pouvoir être mesurées avant la réalisation du matériau et elles sont donc souvent employées pour le contrôle [15].

II.4.3.1 Surface du renfort

Toutes les techniques d'investigation des propriétés des surfaces solides peuvent être mises à contribution :

- mesures de rugosité et d'aire spécifique ;
- microscopies optique et électronique ;
- dosage fonctionnel des groupements présents en surface ou analyse des produits adsorbés et qui risquent de se localiser à l'interface ultérieurement (vapeur d'eau, oxygène, etc.) ;
- techniques spectroscopiques pour analyser la composition des couches superficielles;
- techniques thermodynamiques pour déterminer les énergies disponibles pour l'interaction avec la matrice : mesures d'angle de mouillage, enthalpies d'adsorption, chromatographie en phase inverse, etc.

Ces techniques sont largement utilisées pour comparer entre eux des traitements de surface [15].

II.4.3.2 Propriétés de la matrice ou du liant

Formant la phase continue du composite, ce sont leurs propriétés en masse qui importent :

- module d'élasticité et résistance, résistance à la propagation de fissure, durée de vie de matériau [15].

- les propriétés mécaniques de la matrice ne sont en réalité connue que très imparfaitement à proximité des particules ou des fibres puisque, sans même invoquer l'existence de véritables réactions, l'interaction entraîne des modifications de structure (formation de cristaux au contact de la fibre de verre ou de carbone pour une matrice organique de type semi-cristallin, etc.) et que l'état de contrainte local modifie notablement la réponse du matériau.

II.4.3.3 Ensimages, protections et dépôts

L'ensimage est une couche d'un mélange de polymères déposée sur les fibres à l'étape finale de leur fabrication ; il doit assurer une meilleure cohésion des mèches ainsi qu'une protection physique et chimique (élimination des contacts néfastes fibre-fibre, limitation de la pollution de surface des fibres). Il doit aussi permettre une meilleure mouillabilité des fibres par la résine, ce qui permet d'une part de limiter les défauts de fabrication (de type porosité), et d'autre part de favoriser les interactions fibre/matrice.

- **rôle**

L'ensimage a donc un rôle prépondérant sur les caractéristiques de l'interface et on attend de lui non seulement une bonne compatibilité avec la résine mais encore une affinité (ou réactivité) suffisante vis-à-vis de la fibre. C'est l'une des clefs de la qualité du produit, ainsi les fabricants (que ce soit de fibre de verre ou de carbone) sont-ils généralement très avares de renseignements concernant en particulier la composition de leurs ensimages.

Le contrôle de la liaison interfaciale est réalisé grâce à des agents de couplage (ou ensimage) qui créent une liaison chimique verre/ résine permettant d'assurer un bon transfert de charge de la résine aux fibres, l'aptitude de l'interface à propager un défaut (fissure, etc.) associée à la protection vis à vis de l'environnement, sont les paramètres conduisant à la mise au point d'ensimages spécifiques performants [17].

Les principales fonctions de l'ensimage sont de protéger le filament de verre de l'abrasion tout au long des différentes étapes d'élaboration du renfort et d'assurer la cohésion des filaments pour l'intégrité du fil de base. Mais il assure aussi un rôle lors de la mise en œuvre des composites, améliorant la mouillabilité des fibres, leur raideur et les propriétés antistatiques entre autres. Rappelons que l'intérêt majeur de l'ensimage est d'assurer la compatibilité entre le verre et la matrice pour obtenir les meilleures performances du composite avant et après vieillissement (tenue à l'eau, en température....) [11].

Les fibres de carbure de silicium destinées à renforcer les alliages d'aluminium ou de titane sont souvent recouvertes d'un dépôt de carbone pyrolytique qui protège la fibre de l'attaque par le métal et joue le rôle d'un fusible mécanique en se rompant, évitant ainsi la rupture précoce de la fibre elle-même.

- **formulation**

Pour remplir toutes ces fonctions, les formulations d'ensimage propres à chaque fabricant et maintenues secrètes, ont toutes comme principaux constituants :

- Des agents filmogènes collants qui permettent d'assurer la cohésion des filaments et favorisent l'imprégnation par la matrice. Ils sont choisis pour être compatibles avec la matrice polymère prévue. Ils assurent, avec le lubrifiant, une protection des fibres contre l'abrasion.
- Des agents couplants ou pontants qui permettent d'établir des liaisons fortes entre la fibre et la résine (théorie de la liaison chimique), tout en assurant la protection contre les actions du vieillissement telles que l'attaque par l'eau. Ce sont des organosilanes.

- Des agents lubrifiants qui favorisent la répartition de l'ensimage et surtout apportent protection et lubrification des fibres. Ce sont des tensioactifs.
- Dans certains cas, des antistatiques dont le rôle est d'éliminer les charges électrostatiques, des antimoussants ... [15-11].

De nombreuses études rapportent que la distribution de l'ensimage n'est pas uniforme dans les trois dimensions, et que son épaisseur dépend du diamètre des fibres.

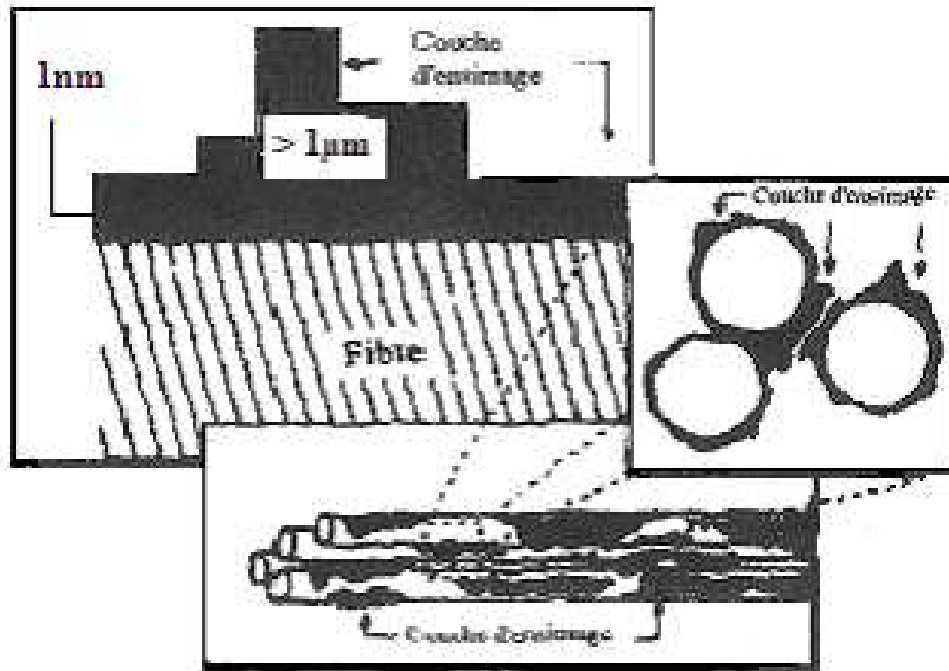


Figure I-3 : Schéma de la couche d'ensimage déposée sur des fibres de verre commerciales.

Gorowara & al ont déterminé l'épaisseur de l'ensimage des fibres à partir du taux d'ensimage massique de 0,5-0,8% obtenu par perte au feu, ce qui implique une épaisseur moyenne de 50-80 nm pour des fibres de 16,9µm de diamètre. Dans l'étude menée par Onard, sur l'influence du mode de séchage de l'ensimage de fibres de verre (E) dans des composites unidirectionnels époxy/amine, une répartition hétérogène de l'ensimage a été montrée, ce qui influe sur l'épaisseur de l'interphase.

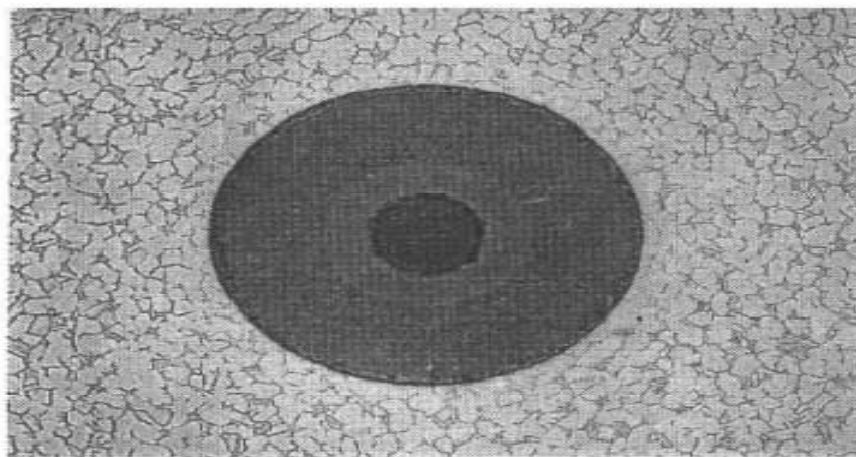
II.5 observation de l'interface à l'échelle microscopique

Les observations directes ou la mise en évidence d'une région douée de caractéristiques spécifiques sont possibles dans un petit nombre de cas.

On observe ainsi facilement en microscopie optique la couche de carbone pyrolytique qui protège la fibre de carbure de silicium dans les composites à matrice de titane figure (II.4a).

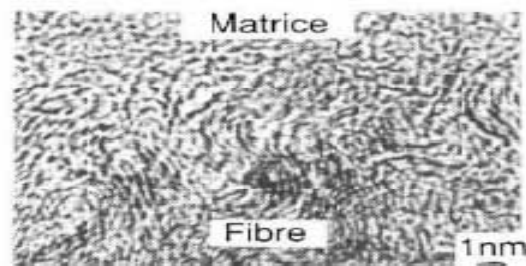
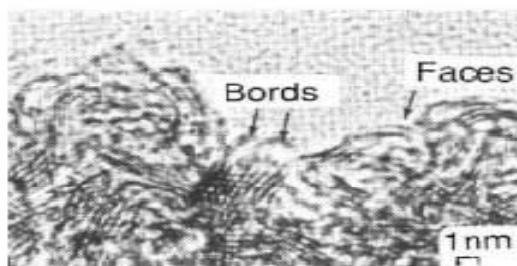
À une échelle encore plus réduite figure (II.4b), on observe en microscopie à haute résolution la zone de contact entre la surface relativement bien ordonnée des fibres de carbone et la matrice amorphe de résine [23].

Des méthodes puissantes d'analyse (ESCA, SIMS) sont capables d'identifier sur les fibres extraites et apparemment dénudées les traces de matrice, amenant à préciser le lieu exact de la rupture.



(a) fibre de carbure de silicium dans le titane

On note le noyau central de carbone et la couche extérieure de carbone pyrolytique servant d'interface avec la matrice.



(b) interfaces nette ou diffuse entre fibre de carbone et matrice,

observées en microscopie à haute résolution (avec l'autorisation de Mme Guigon, UTC)

Dans le cliché de gauche, les bords et les faces se réfèrent aux plans graphitiques du carbone.

Figure II.4 : interface dans les composites carbones résine

II.6 Mécanisme de dégradation de l'interface

Parmi les différents types de mécanismes de dégradation, des études académiques sont envisageables lorsque la durabilité est gouvernée par des phénomènes chimiques intervenant sur la matrice. Des études d'hydrolyse réalisées sur matrices pures conduisent à des résultats pouvant être extrapolés à l'échelle du matériau composite et servir de critère de choix des matériaux.

Dans les composites où la matrice ne subit à priori pas d'hydrolyse, deux mécanismes de dégradation sont susceptibles de jouer un rôle à long terme : les gonflements différentiels et l'interaction de l'eau avec les zones interfaciales. Dans des conditions relativement douces d'exposition, la diffusion de l'eau est faible et les contraintes induites par le gonflement différentiel sont en deçà des seuils d'endommagement. La cause majeure du vieillissement devient alors la dégradation des zones interfaciales.

Lorsque la durabilité est gouvernée par la tenue de l'interphase. La détermination d'une constante de temps, caractéristique de la dégradation de l'interphase relève d'une approche empirique qui ignore les propriétés spécifiques de ce composant, en particulier son caractère hybride inorganique/organique (I/O) et les mécanismes physico-chimiques de dégradation qui en résultent. Les dimensions de cette phase, ainsi que la nécessité de réaliser une approche insitu en rendent en effet la caractérisation expérimentale délicate.

D'autre part, la diversité des composants (comonomères du mélange réactif pouvant conduire à différentes chimies de polymérisation, ensimage des fibres dont la composition exacte est maintenue secrète, diamètre des fibres) conduisent à des interphases présentant des propriétés et donc une résistance hydrolytique différentes [4].

II.7 modèles de l'interface [13]

Chacune des approches qui viennent d'être présentées conduit à sa propre description, voir à un modèle simplifié, intégrant les observations réalisées et suggérant les modes par lesquels l'interface intervient dans le comportement macroscopique du matériau. Sauf pour le modèle thermodynamique où seules des interactions superficielles sont admises, il est partout postulé l'existence d'une phase intermédiaire dotée de caractéristiques spécifiques.

II.7.1 modèles issu de l'analyse chimique ou physico-chimique

Le plus connu est certainement le modèle relatif au verre en raison de l'importance industrielle qu'ont acquise les composites verre/résine et de l'aptitude du verre à se prêter aux analyses de surface.

Dans les nombreuses versions de ce modèle qui ont été proposées, l'interface est décrite comme le lieu des réactions chimiques entre les fonctions chimiques disponibles à la surface du verre, et l'ensimage réactif toujours présent. Un modèle récent est celui proposé par Pluedemann.

On y trouve (figure II.5) les classiques réactions de l'ensimage silane avec les groupements silanol de la surface du verre, mais le modèle est complété, côté résine, par l'existence d'une zone diffuse constituée par l'ensimage et le polymère matriciel et prenant la forme précise d'un réseau interpénétré dont la richesse en polymère matriciel croît à mesure que l'on s'éloigne du verre [15].

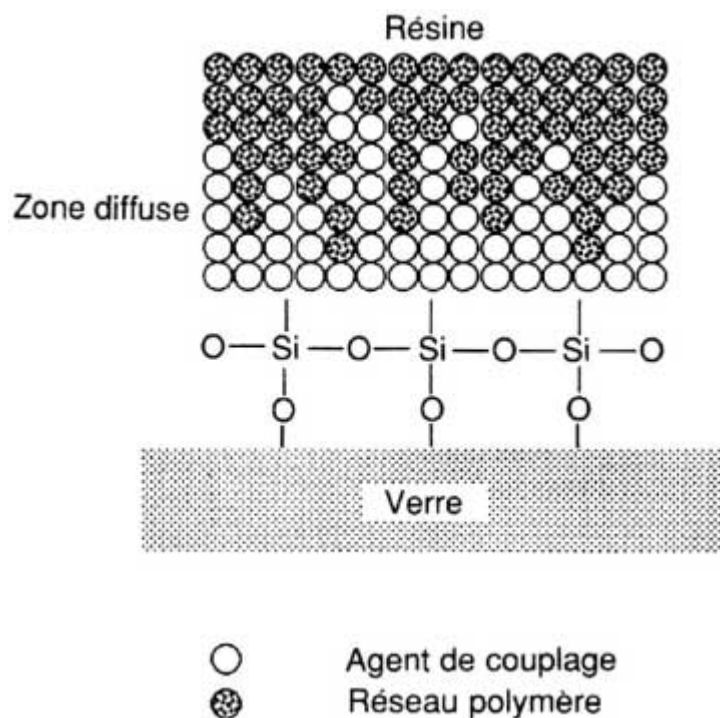


Figure II.5 : représentation de l'interface verre résine

II.7.2 modèles fondé sur la thermodynamique

Les modèles appliqués à l'adhésion des fibres de carbone, et déjà évoqués pour les phénomènes de collage en général, ils admettent que la solidité de la liaison dépend de l'intensité des interactions superficielles ; cette intensité peut être calculée pour le renfort et la matrice à partir des diverses contributions à l'énergie de surface : forces de dispersion, toutes quantités susceptibles de mesure. La pertinence de l'approche thermodynamique est illustrée par l'effet des traitements de surface des fibres de carbone.

L'analyse en termes d'énergie d'adhésion n'est plus valable pour les composites verres /thermoplastique en raison probablement de la présence d'un ensimage qui interdit aux surfaces d'être en contact direct, ce qui rend caduque l'application des idées précédentes ; elle n'est pas satisfaisante non plus pour les composites carbone/thermoplastique.

Gutowski montre que la résistance interfaciale décrit toujours une sorte de courbe maîtresse en fonction du rapport des énergies superficielles du renfort et de la matrice. Un optimum est noté lorsque le rapport de ces énergies est de 1 [24], en ordonnée, les points sont une compilation de plusieurs résultats d'essais et sont normalisés par rapport à la résistance maximale obtenue dans chaque série figure (II.6).

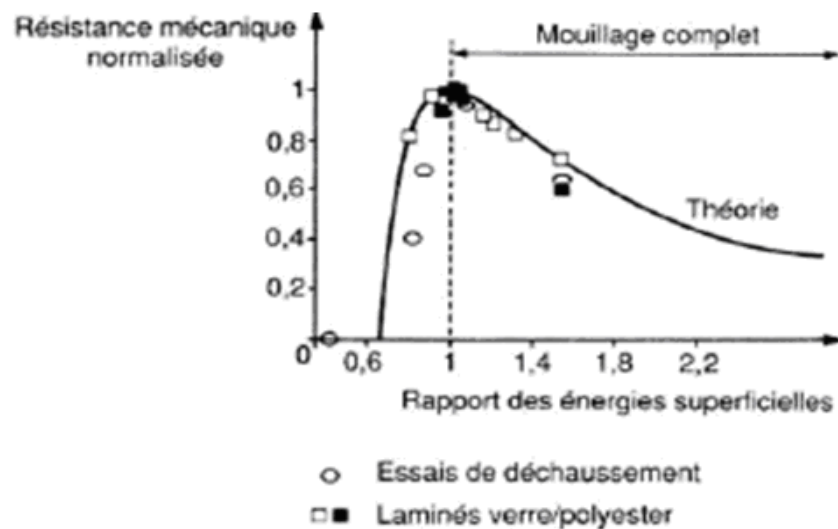


Figure II.6 : Relation entre l'énergie superficielle (rapport des énergies liquide / solide) et la résistance mécanique des composites.

II.7.3 Modèles mécaniques

Ces modèles partent de la représentation la plus classique du matériau composite ; celle d'une particule ou d'une fibre entourée par un bloc de matrice. La théorie est ensuite modifiée afin de prévoir ce qui se passe lorsque l'on interpose entre fibre ou particule et matrice une phase supplémentaire.

Le volume occupé par cette phase et ses propriétés sont souvent réalisés par identification à partir du comportement global macroscopique du matériau dans une analyse simplifiée par éléments finis, assignent arbitrairement à cette phase, de module E_i , un volume de 4 ou 8 %. Le module d'élasticité du composite E_c est calculé pour E_i variant entre E_f , module de la fibre, et zéro, cette dernière valeur représentant le décollement complet entre fibre et matrice. Pour $E_i < E_f$, les fibres ne contribuent pas à la rigidité du composite et $E_c < E_f$.

Cette conception, illustrée aussi par les travaux de Théocaris, fait l'impasse sur la composition de la couche intermédiaire et considère seulement son extension volumique et ses caractéristiques mécaniques, en réalité son module d'élasticité. Ce qui est, a priori, difficile à justifier [27].

II.7.4 Modèles de type énergétique

Ils sont fondés sur l'observation que, les fissures se propageant dans le composite sont déviées, au voisinage de la fibre, dans des directions parallèles à celle-ci. Avec un renfort qui conserve ainsi son intégrité, la vie du composite est prolongée en dépit d'un endommagement qui s'accumule.

En termes d'énergies, la condition de protection d'un composite dans lequel la fibre, de ténacité critique G_{cf} , est entourée d'une interface épaisse formée par la couche de protection et la zone de réaction, de ténacité G_{ci} , peut s'écrire :

$$\frac{G_{ci}}{G_{cf}} < \frac{W_i}{W_f}$$

W_i et W_f : énergies restituées lors d'une extension de la fissure le long de l'interface ou dans le plan de la fibre respectivement dans ces matériaux, on est donc conduit normalement à réduire délibérément la ténacité interfaciale G_{ci} , seul paramètre sur lequel on ait quelque latitude de contrôle par le choix du revêtement ou de son épaisseur [25].

II.8 modèles d'adhésion [11]

II.8.1 Aspects chimique

Le modèle de la liaison chimique postule la formation de liaisons covalentes entre le renfort et la matrice. Ce modèle est celui généralement adopté pour expliquer le mécanisme d'action des agents de couplage tels les titanates et les silanes. Par exemple, l'ensimage modifie chimiquement la surface des fibres de verre, ce qui facilite la formation de liaison chimique avec la matrice.

Dans le cas des fibres de carbone, l'organisation des atomes est primordiale pour assurer la bonne liaison chimique. Ceux-ci doivent être orientés dans le sens radial de la fibre, afin de créer des liaisons avec la matrice organique. Pour ce faire, un traitement de surface, par attaque chimique ou par oxydation, est pratiqué sur les fibres afin d'organiser les atomes de carbone.

II.8.2 aspects physiques

Pour une adhésion correcte, le modèle le plus général est le modèle de l'absorption thermodynamique, concernant l'étude de la mouillabilité des solides. En effet, une bonne adhésion ne saurait être obtenue que s'il existe un contact intime entre les matériaux destinés à être assemblés.

Un autre modèle, qui est celui de la couche interfaciale de faible cohésion, propose qu'un système de solides adhérent ne puisse donner lieu à une rupture apparemment interfaciale que dans la mesure où le joint est impropre, c'est-à-dire lorsque il existe à l'interface une couche de plus faible cohésion, par exemple de l'air occlus pour des impuretés.

II.8.3 aspects mécanique

Le modèle mécanique fait appel à un phénomène d'accrochage, d'encrage mécanique de la matrice dans les pores et aspérités du renfort après solidification. des relation quantitatives montre que l'adhésion d'un composite est directement proportionnelle, toute chose égale par ailleurs, à la rugosité du renfort.

Dans le cas où le liquide (résine ou pré-polymère par exemple en fusion) n'est pas capable de pénétrer dans les interstices du substrat, il y'a donc création de porosités interfaciales pouvant constituer des amorces de rupture.

II.9 analyse de l'interface fibre matrice [26]

S'il est d'usage courant d'analyser le comportement des composites en fonction de leurs deux composantes de base, matrice et renfort, en revanche la littérature scientifique et technique est beaucoup plus discrète sur l'influence de l'interface. La difficulté du problème réside en effet dans le fait que la notion d'interface reste relativement floue, que la zone interrassiale n'existe pas en soit, qu'elle ne se crée que lors de la mise en œuvre du matériau composite et qu'il est difficile de lui attribuer un ensemble de propriété mécaniques.

Pourtant, l'interface assurant la continuité entre deux matériaux différent, fibres et résine ; un défaut d'adhérence engendre des problèmes de comportement mécanique dans la mesure où l'interface remplit une double fonction de protection des fibres contre les agressions extérieur, d'une part, et de transmission d'efforts inter-fibre d'autre part.

Il n'existe actuellement pas de méthode normalisées de quantification de la qualité de l'interface fibre /matrice. En revanche, différentes méthodes, présenté ci-dessous, en été développées dans des laboratoires de recherche et sont déjà largement utilisées.

II.9.1 Analyses mécaniques macroscopiques sur composites industriels

Sur le plan industriel, des essais mécaniques traditionnels en traction, flexion, cisaillement ou compression sur éprouvettes planes et barreaux sont le plus souvent utilisés pour qualifier succinctement l'interface fibre/matrice de « faible » ou « forte », « bonne » ou « mauvaise ». En effet, le niveau d'adhésion fibre/ matrice influe dans une certaine mesure (quelques pour-cent à plusieurs dizaines de pour-cent) sur les lois de comportement des composites.

Malheureusement, il s'avère que les propriétés les plus fréquemment exploitées (modules et propriétés à la rupture) ne sont pas les plus sensibles au facteur « interface ». Des études récentes ont montré que des techniques plus fines d'analyse des endommagements telles que l'émission acoustique, associées à des essais conventionnels de traction, ou une détermination des propriétés d'amorçage et de propagation de fissures par application de la mécanique de la rupture conduisaient à des résultats beaucoup plus

significatifs (écarts de plusieurs centaines de pour-cent pour des interfaces de qualités différentes).

II.9.2 analyse microscopique

Les premières tentatives de contrôle de la qualité de l'interface ont consisté à essayer de visualiser la zone interfaciale. Néanmoins, compte tenu de l'échelle d'observation, les méthodes classiques de microscopie ne fournissent en général que peu d'informations.

Ainsi, en microscopie optique, la zone entre fibres et matrice n'est visible que lorsqu'elle est très développée, ce qui est le cas uniquement pour certains couples fibre/matrice (fibre de carbone / matrice thermoplastique semi-cristalline par exemple).

Des techniques plus puissantes, telles que la microscopie électronique par transmission à haute résolution, ont permis d'observer le contact entre phases à l'échelle atomique [12].

II.9.3 Analyses physico-chimiques

Plus récemment, certaines techniques dérivées de l'étude des surfaces ont été mises en œuvre :

- spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ;
- spectrométrie Raman ;
- spectroscopie d'électrons Auger (AES) ;
- spectroscopie électronique pour l'analyse chimique (XPS ou ESCA) ;
- spectrométrie de masse à émission secondaire (SIMS) ;

D'une manière générale, ces méthodes permettent de réaliser une analyse chimique de couches superficielles de quelques nanomètres d'épaisseur. Elles sont applicables à l'analyse d'ensimages sur fibres nues, éventuellement sur fibres déchaussées.

II.9.4 Essais micromécaniques

Les essais micromécaniques, à la différence de l'ensemble des essais précédents, sont des essais qui ont été spécialement conçus pour déterminer les caractéristiques des interfaces fibre/matrice, et plus exactement leur résistance ou leur ténacité. Ces essais sont dans leur majorité appliqués sur composites modèles, c'est-à-dire sur des échantillons dont la géométrie est en général propre à chaque test, et qui ne contiennent qu'une seule fibre, entourée de résine.

Les tests principaux sont :

- le test de fragmentation ;
- le test de compression ;
- le test de déchaussement (plus connu sous le terme de pull-out), dont une forme dérivée est le test dit « de la goutte » ;
- le test de micro-indentation.

Conclusion

Un composite ne peut remplir pleinement sa fonction mécanique que si les charges appliquées au matériau peuvent être transmises de la matrice à la fibre. Ce transfert de charge est bien entendu largement conditionné par la réponse mécanique de la zone de contact entre la fibre et la matrice, autrement dit de l'interface ou de l'interphase. Son rôle est d'autant plus fondamental qu'un composite est un matériau possédant des défauts. L'optimisation de l'interface apparaît comme une condition nécessaire pour pouvoir tirer pleinement parti du couple fibre/matrice à la base du composite.

D'un point de vue industriel, cette optimisation doit être réalisée non seulement vis-à-vis des performances respectives de la fibre et de la matrice, mais encore vis-à-vis du procédé d'élaboration utilisé, pour limiter les défauts potentiels de mise en œuvre. Et l'accumulation des mécanismes d'endommagement qui coexistent généralement dans le composite et qui conduisent à la rupture finale du matériau font l'objet de chapitre III.

Chapitre III

***Mécanismes
d'endommagements et de
ruptures des composites***

III. Introduction

Lors de leurs mises en service, les composites sont soumis à diverses sollicitations mécaniques dont les effets peuvent être aggravés par le facteur temps ou par un environnement plus ou moins agressif. Il est donc important d'avoir une idée sur la manière dont les composites se comportent vis à vis des contraintes mécaniques et du vieillissement.

Par mécanisme de rupture, il faut comprendre tous processus mécanique produisant au sein d'un matériau une discontinuité locale de matière appelée fissure. L'initiation de la rupture peut être considérée comme la création de microfissure à l'échelle microscopique (celle des constituants). La propagation de la rupture est le résultat de la création de nouvelles surfaces de rupture à l'échelle macroscopique, à partir des microfissures existantes. Dans le cas des matériaux composites, l'initiation de la rupture se produit généralement bien avant l'observation d'un changement du comportement macroscopique.

III.1 Mécanismes d'endommagement des matériaux composite

De manière générale, l'endommagement est défini comme un ensemble de changements microstructuraux au sein du matériau qui occasionne une détérioration irréversible plus ou moins importante. L'endommagement est le résultat d'un processus de dégradation plus ou moins lent dont l'origine se trouve dans des mécanismes de détérioration se produisant à une échelle plus fine [20]. En effet, lors d'une sollicitation quelconque sur un matériau composite, le développement de l'endommagement au sein du matériau commence assez tôt [15].

Les premiers endommagements commencent à se développer à l'échelle microscopique lorsque l'effort localisé atteint la limite de la rupture d'un des constituants ou celle de l'interface les reliant. Ainsi, un nombre important de ces microfissures s'accumulent avant la rupture finale.

Trois mécanismes sont généralement observés lors du processus d'endommagement. (Figure III.1)

L'amorçage qui correspond à apparition de microcavités au sein du matériau.

La croissance au cours de laquelle le volume de cavité augmente.

La rupture phase qui correspond à l'apparition de macrocavités par coalescence des microcavités existantes.



Figure III.1 les phases de l'endommagement : (a) matériau sain, (b) amorçage, (c) croissance, (d) coalescence.

III.2 Les échelles d'observation de l'endommagement [20]

D'après chaboche- lemaître et Hushin l'endommagement est du :

- Au niveau microscopique
 - Microfissuration de la matrice ;
 - Décohésion fibre/matrice ;
 - Rupture de fibres.
- Au niveau mésoscopique
 - Rupture transverse ;
 - Rupture longitudinale ;
 - Endommagement qui provoque la redistribution des contraintes et des déformations.
- Au niveau macroscopique
 - Ruine totale du matériau.

La (figure III.2) illustre les différentes échelles d'observation de l'endommagement sur un composite stratifié.

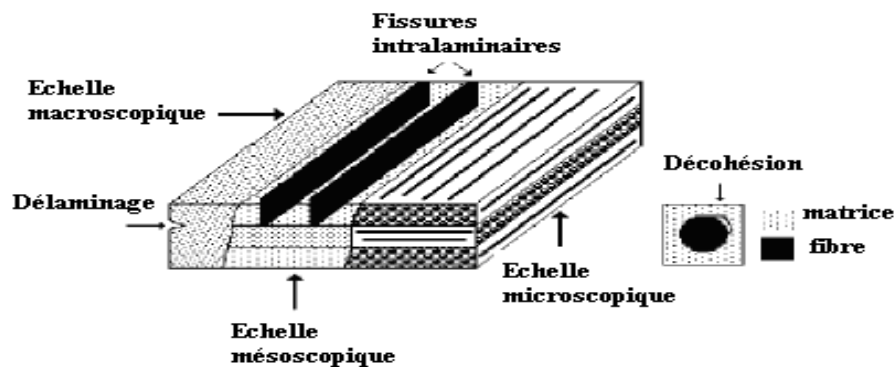


Figure III.2: Les différentes échelles d'observation de l'endommagement: illustration sur un matériau stratifié.

III.3 comportement a rupture des matériaux composites

Les pièces peuvent être amenées à s'endommager et ce rompre de manière prématurée en service. Le mécanisme de rupture est le résultat d'un processus de déformation non homogène favorisant la propagation d'un endommagement au sein du matériau composite à partir d'une ou plusieurs zone d'amorçage (zone la plus faible, ou contenant des défauts initiaux).

D'une manière générale, la fissuration peut résulter :

1. Des contraintes mécaniques excessives ou non prises en compte ;
2. D'un environnement non adapté (température, milieux oxydant,...etc.) ;
3. D'une combinaison de ces différents paramètres (fissuration en environnement sous contraintes) [16].

III.4 Mécanisme de rupture dans les matériaux composites

Généralement, un mécanisme n'est pas isolé, mais divers mécanismes coexistent. Ces mécanismes se développent suivant la nature des matériaux et les conditions de sollicitations mécaniques imposées. En conséquence, le procédé global de la rupture dans les composites est souvent considéré comme un processus d'accumulation de différents types d'endommagement [3].

Les mécanismes d'endommagement potentiels d'un matériau hétérogène, peuvent ce regrouper en trois principaux modes différents selon le site où ils opèrent :

- Fissuration matricielle ;
- Rupture de l'interface fibre matrice ;
- Rupture des fibres.

III.4.1 fissuration matricielle

Les microfissures se produisant au sein de la matrice apparaissent au niveau des porosités et des inclusions soit par fissuration transverse lorsque la contrainte en traction (σ_m) dans la matrice atteint la valeur de rupture (σ_{mu}), (figure III-3) ; soit par fissuration longitudinale lorsque la contrainte de cisaillement τ_m de la matrice atteint la valeur de rupture τ_{mu} , généralement au voisinage d'une fibre, figure (III-4)[3].

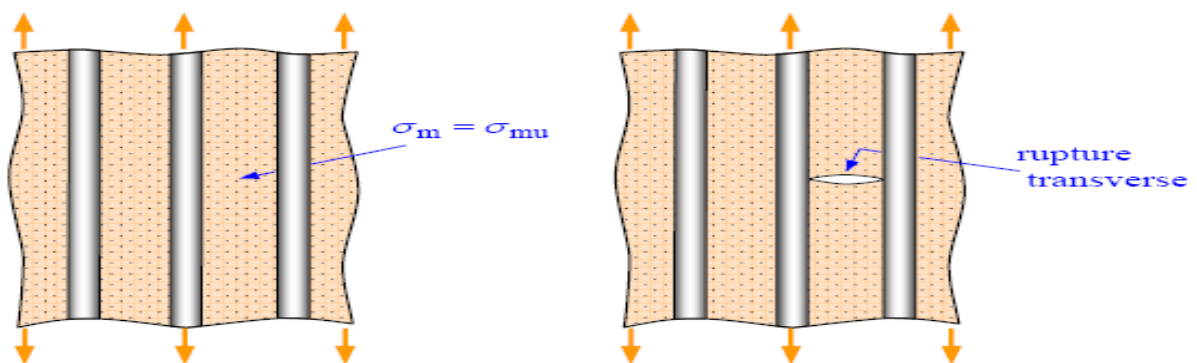


Figure III.3 : rupture transversale de la matrice

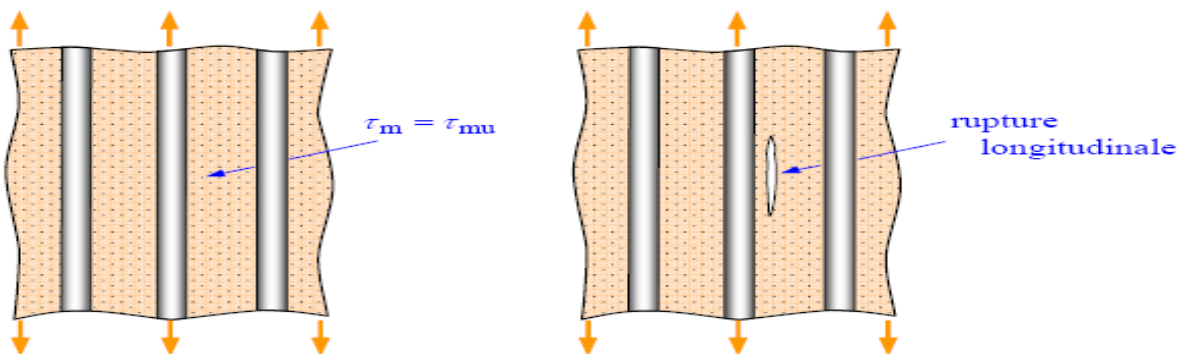


Figure III.4 : rupture longitudinale de la matrice

Lorsque les déformations sont assez faibles, (figure III-4a), les fissures n'apparaissent que dans la matrice, l'application des charges cycliques fait augmenter leur nombre, on parlera de mode de fissuration dispersé par contre, à des contraintes élevées les fibres se cassent au bout de la longueur, la contrainte de cisaillement à son bout peut devenir suffisante pour causer une décohésion de l'interface, on est en présence du mode de fissuration localisé. (Figure III-5b)

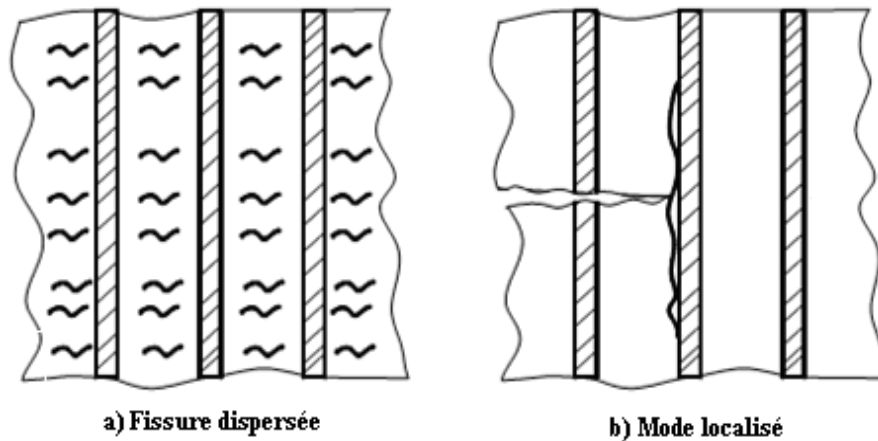


Figure III.5: Modes de fissuration de la matrice.

II.4.2 rupture de fibre

Dans un matériau composite soumis à des sollicitations mécaniques la rupture des fibres intervient lorsque la contrainte de traction σ_f dans une fibre atteint la contrainte à la rupture σ_{fr} de la fibre (figure III-6). La rupture de la fibre produit une concentration de contrainte au voisinage de la rupture, il s'ensuit une redistribution de ces contraintes.

Le processus de rupture dépend principalement de la contrainte à la rupture des fibres, de la capacité de la matrice à absorber l'énergie libérée et les propriétés de l'interface fibre- matrice [3].

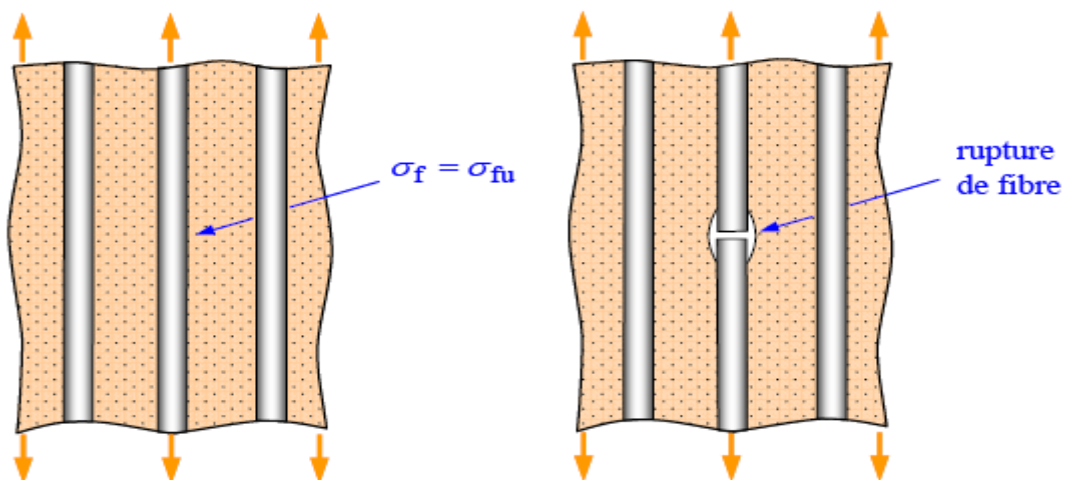


Figure III.6: rupture des fibres

III.4.2.1 Etat de surface.

Au cours du procédé de fabrication, les fibres peuvent être soumises à plusieurs sources d'endommagement. Il est impératif de déterminer au préalable l'existence de défauts initiaux afin de distinguer la contribution réelle de la sollicitation mécanique sur l'amorçage et la propagation de la fissure. La (figure III.7) montre quelques défauts de construction causés sur les fibres.

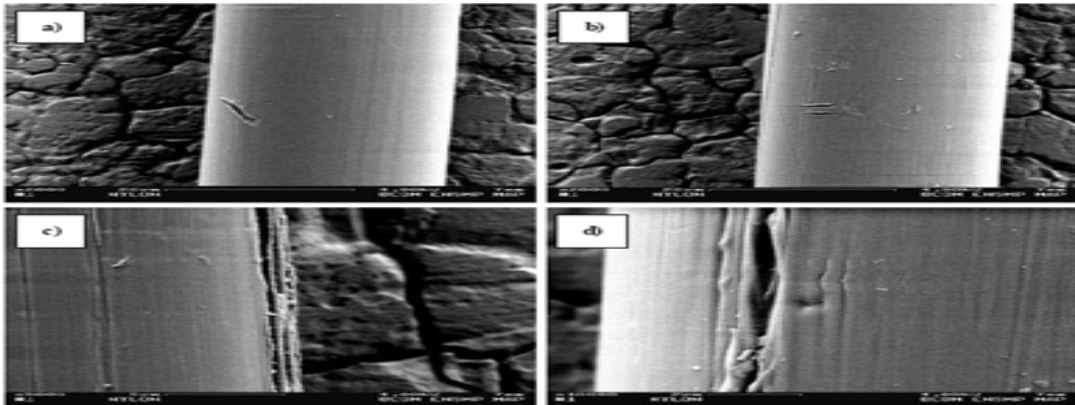


Figure III.7 : (a et b) défauts d'entaille, (c et d) des séries parallèles à l'axe de la fibre

III.4.3 décohésion fibre/matrice [17]

Les mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux composites sont principalement gouvernés par les propriétés de l'interface fibre matrice. Ces propriétés dépendent en premier lieu du choix des constituants (fibres matrice) et par conséquent des contraintes résiduelles d'origine thermique qui apparaissent lors de l'élaboration. Par ailleurs on peut lorsque cela est nécessaire modifier les propriétés interfaciales par un revêtement déposé sur les fibres.

Dans un polymère renforcé par les fibres unidirectionnelles, la décohésion de l'interface intervient lorsque la contrainte de cisaillement τ dans la matrice atteint la contrainte de décohésion τ_d , et cela arrive quand cette dernière est inférieure à la contrainte en cisaillement à la rupture de la matrice (figure III.8).

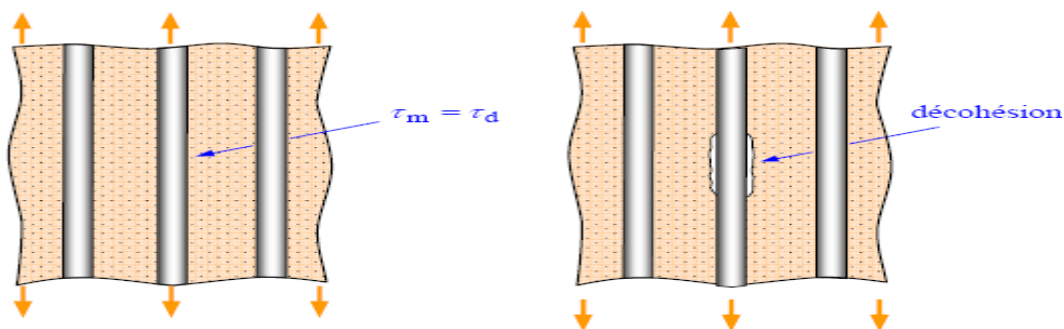


Figure III.8 : décohésion de l'interface fibre/matrice

La propagation de la rupture change suivant la nature de l'adhésion fibre/matrice. Dans le cas d'un composite à fibres unidirectionnelles sollicité parallèlement aux fibres, on peut distinguer les cas suivants [3] :

- **Cas d'une interface très forte** : si l'adhérence entre fibres et matrice est très forte, la fissure continue sa propagation comme si elle n'avait rencontré aucun obstacle. Cela entraîne aussi des concentrations de contraintes sur les fibres voisines et provoque la rupture catastrophique du composite (figure III.9). Le comportement du composite est celui d'un matériau fragile.

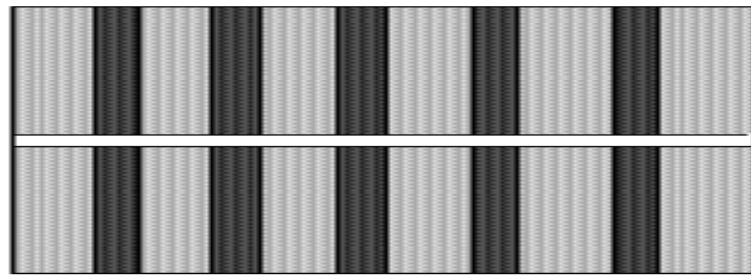


Figure III.9 : cas d'une interface très forte

- **Cas d'une interface faible** : la fissure matricielle est déviée à l'interface, mais la décohérence entre fibres et matrice s'étend sur une très grande distance sur laquelle la matrice n'intervient plus (figure III.10), ce qui fait que la résistance du composite est très faible.

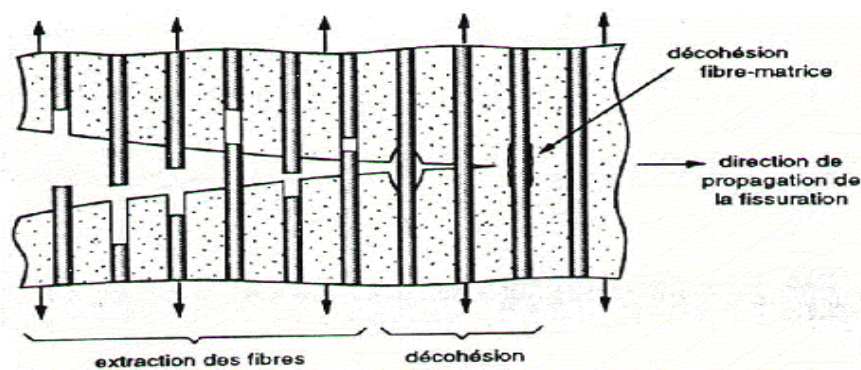


Figure III.10 : cas d'une interface très faible

- **Cas d'une interface relativement faible et assez forte** : la fissuration au contact d'une fibre se dévie dans un plan perpendiculaire en provoquant un décollement de la matrice au niveau de l'interface. La fissure continue à se propager en répétant le même scénario avec les autres fibres jusqu'à ce qu'elle traverse tous l'échantillon (figure III.11).

Si la fraction volumique des fibres est suffisamment élevée et l'interface est assez forte, il peut s'opérer un transfert de charge fibres/matrice permettant à ces dernières de supporter la surcharge due à la fissuration matricielle.

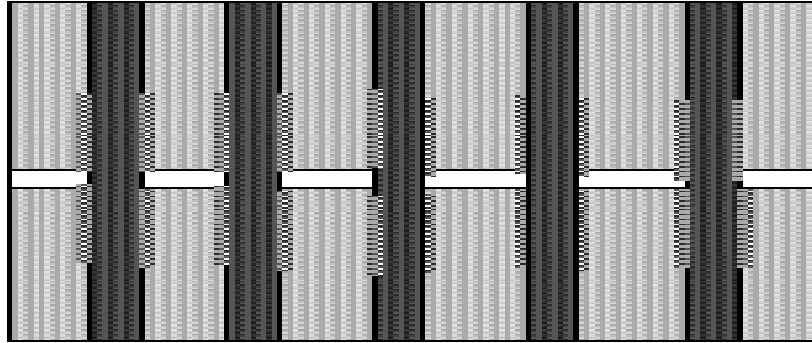


Figure III.11 : cas d'une interface relativement faible et assez forte.

III.4.4 Délaminage

Dans le cas des stratifiés, aux mécanismes décrits précédemment s'ajoute un autre mécanisme d'endommagement entre couche appelé délaminage (figure III.12). Le processus de délaminage est le résultat d'une chronologie de divers type d'endommagement. Les propriétés mécaniques de la matrice et de la fibre ainsi que les propriétés adhésives et cohésives de l'interface gèrent cette chronologie en révélant le type d'endommagement fréquemment rencontré comme la micro fissuration de la matrice, la rupture des fibres et la rupture des interfaces.

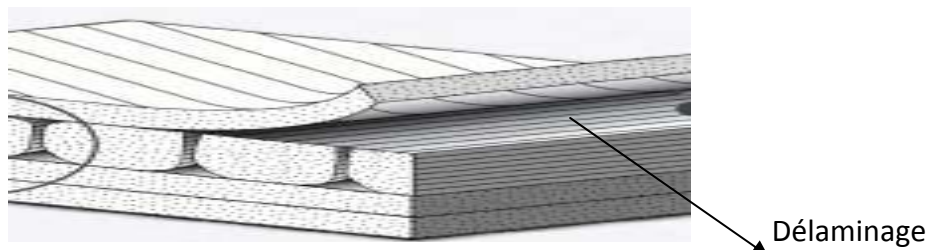


Figure 12 : processus de délaminage dans un composite stratifié.

III.5 rôle du frottement à l'interface [21]

Le rôle du frottement, aux interfaces fibres/matrice, est plus crucial dans le cas des sollicitations mécaniques cycliques, conduisant à la fatigue des composites. Pendant ces sollicitations, la matrice se fissure généralement dès le premier cycle de chargement. Le comportement du matériau sera dicté ensuite par la capacité des fibres, qui assurent le pontage, à transférer les cycles de chargement via le frottement à l'interface.

La (Figure III.13) montre une représentation schématique d'un composite unidirectionnel avec une fissure matricielle située au milieu. Sont également représentés les profils de la contrainte de traction sur les fibres qui assurent le pontage de la fissure.

Dans le cas d'un frottement constant, cette contrainte admet un maximum à la position de la fissure matricielle, et décroît linéairement dans la zone de décohésion ($2L_1$) (profil (a) sur la Figure III.13). Rouby et Reynaud (1993) [33] décrivent l'effet de fatigue, dans ces composites, par une décroissance continue de la contrainte de frottement liée à la dégradation à l'interface. En effet, la diminution de la contrainte de frottement (correspondant à une pente plus faible, profil (b) sur la Figure III.13) nécessite une zone de transfert de charge ($2L_2$) plus large.

Celle-ci doit équilibrer la contrainte supportée par les fibres dans la zone ($2L_1 < 2L_2$). L'augmentation de la zone de transfert de charge, à mesure que le frottement à l'interface diminue, implique une plus grande probabilité de rupture des fibres (c'est l'effet de volume prévu par la statistique de weibull). Cette dernière conduit à la rupture des fibres au fur et à mesure que le nombre de cycles augmente, c'est l'effet de fatigue qui précède la rupture totale du composite.

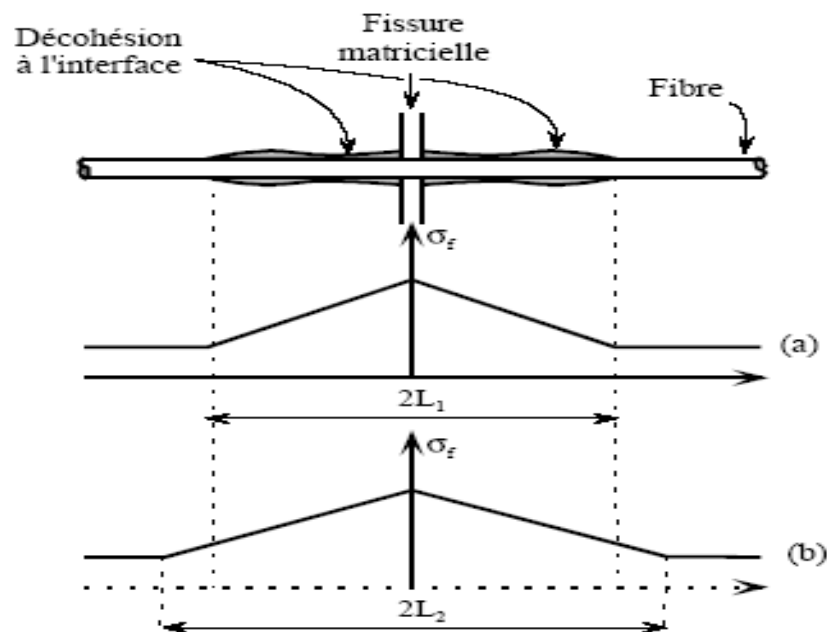


Figure III.13 : Evolution du profil de chargement sur une fibre qui assure le pontage d'une fissure matricielle.

III.6 le mécanisme de pontage [21].

Le mécanisme de pontage est lié à la propagation d'une fissure qui épargne le renfort et qui est déviée à la frontière. L'endommagement des composites renforcés par des fibres continues est caractérisé par la multifissuration de la matrice. Les fissures se propagent dans le matériau en contournant le renfort et en étant déviées aux interfaces renfort/matrice.

L'ouverture d'une fissure (Figure III.14), suite à l'accroissement de la sollicitation extérieure (parallèle à l'axe des fibres), est contrôlée par une fraction de fibre qui assure le transfert de charge. Ces fibres sont d'autant plus chargées que les lèvres de la fissure s'écartent et sont finalement rompues.

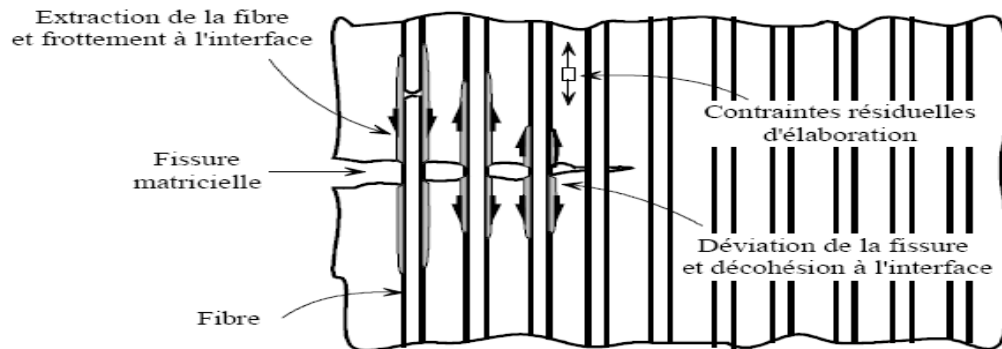


Figure III.14 : illustration d'un mécanisme de pontage.

La rupture des fibres s'effectue, pour la majorité, à l'intérieur de leur logement dans la matrice, loin du plan principal de la fissuration matricielle. A ce stade de la propagation de la fissure, une grande partie de l'énergie disponible pour propager la fissure est dissipée sous forme de création de nouvelles surfaces (décohésion aux interfaces fibres/matrice). Le reste de l'énergie disponible se dissipe soit sous forme d'ondes acoustiques suite à la rupture de la plupart des fibres assurant le pontage de la fissure, soit sous forme de frottement aux interfaces pendant l'allongement des fibres intactes et pendant l'extraction des fibres rompues jusqu'à la rupture totale du matériau.

III.7 Influence de la matrice sur le mode de rupture [4]

Dans le cas général, une rupture de fibre entraîne les mécanismes suivants :

- Fissuration de la matrice fragile (figure III.14.a)
- Plastification de la matrice ductile (figure III.14.b)
- Fissuration ou plastification parallèlement aux fibres (figure III.14.c), influence de l'interface.

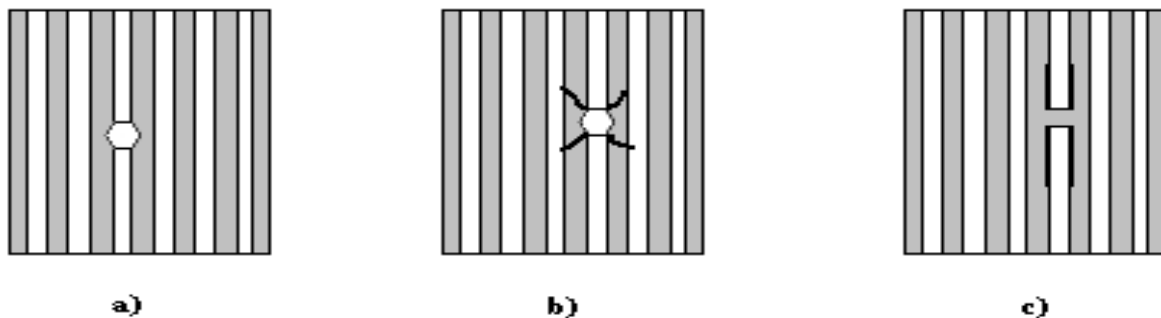


Figure III.15 : Influence de la matrice sur le mode de rupture.

- Le cas décrit (figure III.15.c), est à la base du modèle d'endommagement cumulatif : la rupture de fibre affecte la fibre sur une petite longueur et les fibres voisines (endommagement localisé).
- Les cas de (figure III.15.a, b) conduisent à des concentrations de contraintes (figure III.16) sur une petite longueur.

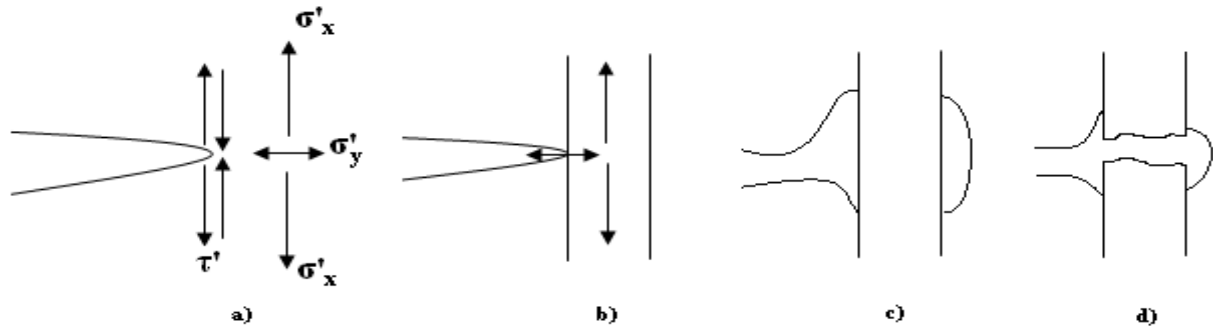


Figure III.16: Différents types d'endommagement.

- 1) Si : $\sigma'_x < X_f$ et $\tau, \sigma'_y < \text{limite d'interface}$; endommagement localisé (pas d'effet).
- 2) Si : $\sigma'_x < X_f$ et $\tau, \sigma'_y > \text{limite d'interface}$; la fissure est dirigée parallèlement à la fibre et pas de propagation des ruptures de fibre.
- 3) Si : $\sigma'_x > X_f$, la fibre voisine se rompt et il y aura propagation des ruptures de fibre sur toute la section (figure III.15.d).

Avec : X_f : charge à rupture des fibres
 $\sigma'_x, \sigma'_y, \tau$: contraintes au voisinage d'une fibre.

III.7.1 Mode de propagation de rupture de fibre

Le composite se rompt de façon catastrophique et cela revient au fait de concentration de contraintes à la suite de rupture de fibre. La résistance du composite s'écrit :

$$R = v_f R_f^* + v_m \sigma_m^* \quad (\text{III.1})$$

R_f^* : Résistance des fibres la plus faible.

σ_m^* : Contrainte moyenne dans la matrice au moment de la rupture.

III.7.2 Mode d'endommagement cumulatif

A l'extrémité d'une fibre rompue, l'état de contraintes est donné par la relation :

$$\frac{d\sigma_{fx}}{dx} = \frac{4}{d} \tau \left(\frac{d}{2} \right) \quad (\text{III.2})$$

On considère un élément de fibre (figure III.17)

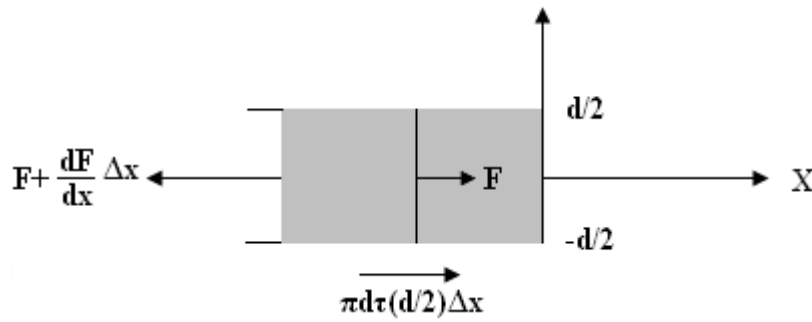


Figure III.17 : Elément de fibre.

En appliquant la condition d'équilibre, on aura :

$$F + \frac{dF}{dx} \Delta x = F + \pi d \tau(d/2) \Delta x$$

$$\Rightarrow \frac{d\sigma_f}{dx} = \frac{4}{d} \tau(d/2) \quad (III.3)$$

Si la contrainte de cisaillement à l'interface $\tau(d/2)$ est supérieure à la résistance de l'interface ou la limite élastique de la matrice τ_i ; $\tau(d/2)$ se trouve limitée, sur une distance X_{max} à partir de l'extrémité de la fibre (figure III.18).

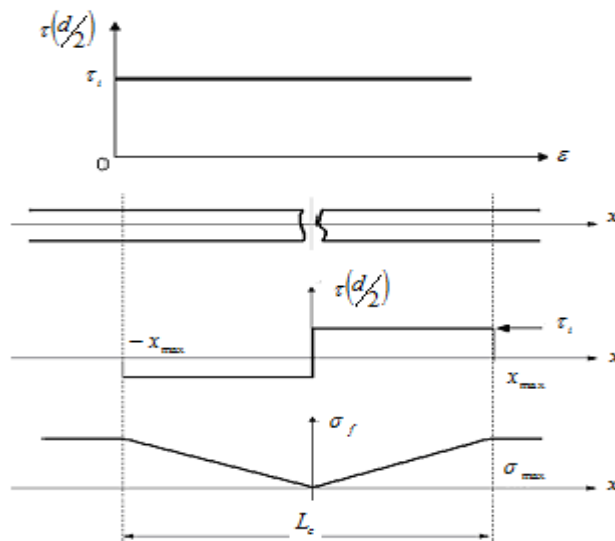


Figure III.18 : Contraintes au voisinage d'une rupture de fibre.

Lorsque la charge uniaxiale du composite croît, les fibres se rompent à leur point faible. Si une fibre est rompue, celle-ci ne supporte quasiment plus l'effort sur une longueur L_c , et cet effort étant reporté sur les fibres voisines.

Dans ce mode de rupture le faciès est très régulier, la fissure se propage normalement aux fibres, la fissure se propage également dans la matrice parallèlement aux fibres.

III.8 composite unidirectionnel soumis à une traction longitudinale

Dans ce cas, l'amorçage de la rupture se produit soit par rupture des fibres lorsque la déformation à rupture des fibres est plus faible que celle de la matrice ($\epsilon_{fr} < \epsilon_{mr}$), soit par rupture de la matrice dans le cas contraire [28].

- Dans le cas où ($\epsilon_{fr} < \epsilon_{mr}$) :

Un premier scénario consiste à considérer que la rupture des fibres entraîne instantanément celle du composite. Si l'on admet l'égalité des déformations dans la fibre et la matrice, la contrainte appliquée au moment de la rupture du composite est donnée par :

$$\sigma_r = v_f \sigma_{rf} + (1-v_f) \sigma_m^* \quad \text{III.4}$$

Avec : σ_{cr} : contrainte à la rupture du composite ;
 σ_{fr} : Contrainte à la rupture des fibres ;
 σ_m^* : la valeur de la contrainte dans la matrice au moment de la rupture dans la fibre.

Les courbe contrainte déformation sont schématisé par la (figure III.19), comme illustré sur le schéma ci-dessous, la déformation a rupture du composite est égale a celle des fibres.

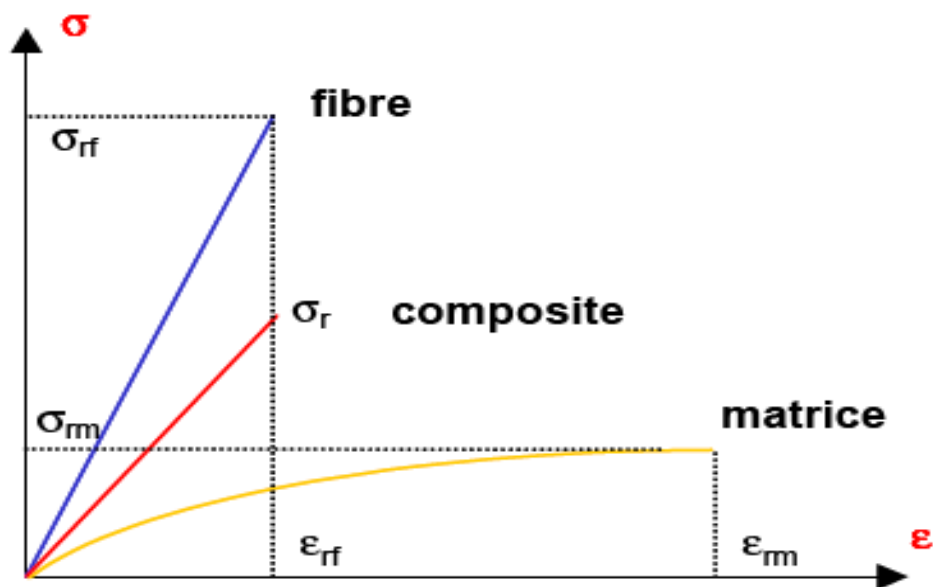


Figure III.19 : courbe contrainte-déformation d'un composite unidirectionnel soumis a une traction longitudinale, dans le cas ($\epsilon_{fr} < \epsilon_{mr}$)

- Dans le cas où ($\epsilon_{fr} > \epsilon_{mr}$) :

Cette situation correspond aux composites à matrice céramique pour lesquels la rupture fragile de la matrice intervient souvent avant celle des fibres. On observe généralement des fibres matricielles se propageant dans une direction perpendiculaire à celle des fibres.

Si l'on considère que la rupture de la matrice entraîne celle des fibres, la contrainte à rupture du composite est donnée par :

$$\sigma_r = \sigma_f^* V_f + \sigma_{rm} (1 - V_f) \quad \text{III.5}$$

σ_f^* : est la contrainte supportée par la fibre au moment de la rupture de la matrice.

le comportement à rupture du composite est alors piloté par la fissuration de la matrice fragile (figure III.20). Par ailleurs, une fois la matrice rompue, on peut cependant considérer la situation dans laquelle les fibres peuvent supporter sans se rompre la contrainte appliquée. Dans ce cas :

$$\sigma_r = V_f \sigma_{rf} \quad \text{III.6}$$

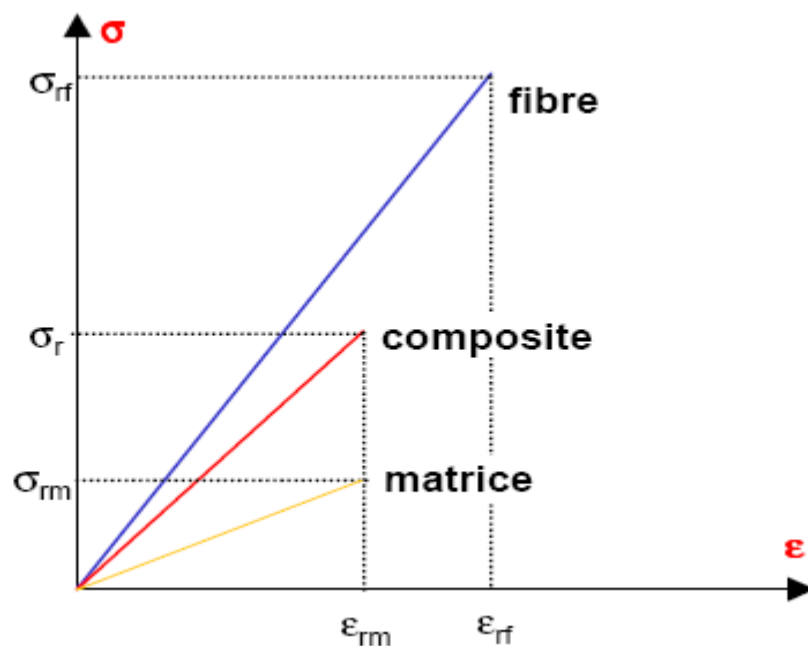


Figure III.20 : courbe contrainte-déformation d'un composite à matrice céramique soumis à une traction longitudinale, dans le cas ($\epsilon_{fr} > \epsilon_{mr}$).

III.9 Composite unidirectionnel soumis à une traction transversale

Sous chargement transverse, la rupture d'un pli unidirectionnel met en jeu des fissurations matricielles et des décohésions à l'interface fibre/matrice.

Ce mode de rupture correspond généralement au premier endommagement observé dans les stratifiés croisés soumis à des efforts de traction. On observe alors des fissures transverses dites intra-laminaires dans les plis désorientés par rapport à l'axe de chargement (figure III.21) [35].

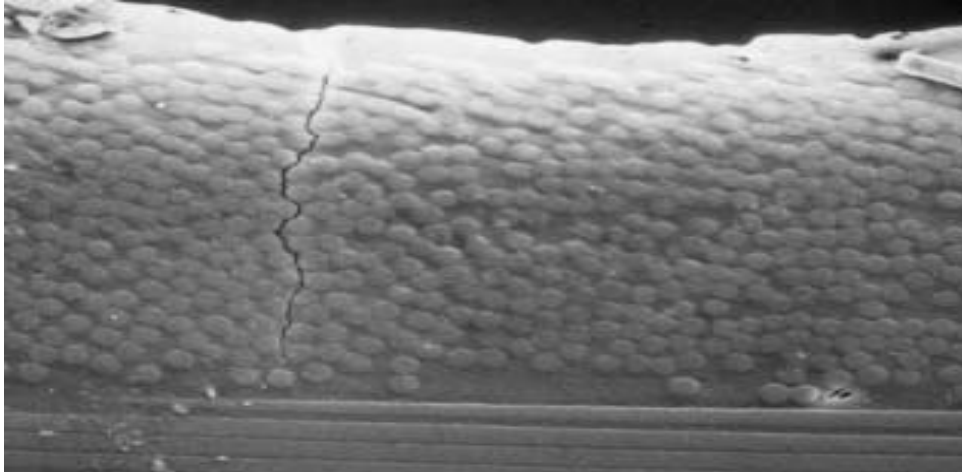


Figure III.21 : fissure transverse dans un stratifié fibre de carbone/matrice époxyde.

Ce processus intervient lorsque la contrainte à la rupture de la matrice est inférieure à la contrainte de décohésion σ_d en traction de l'interface fibre matrice. Dans le cas contraire ($\sigma_{mr} > \sigma_d$), la rupture du composite se traduit par la rupture de l'interface fibre/matrice. La rupture de la matrice se produit lorsque la contrainte en traction σ_m de la matrice atteint la contrainte à la rupture σ_{mr} de la matrice.

III.10 Résistance au cisaillement

La rupture a lieu uniquement dans la matrice sans nécessité la rupture de la fibre ; dans ce cas, la résistance en cisaillement du composite est proche de la résistance en cisaillement dans la matrice. Cette rupture en cisaillement est observée généralement lors de l'essai de flexion trois points, où le cisaillement dû à l'effort tranchant, atteint la limite de rupture avant la contrainte de traction sur la face tendue [31].

III.11 Résistance en compression longitudinale

Dans un écheveau de fibres soumis à la compression, ces dernières vont présenter un flambage immédiatement. Dans un composite, la matrice joue un rôle important de support latéral qui peut conduire à une résistance en compression (τ_{com}) (figure III.22) [31].

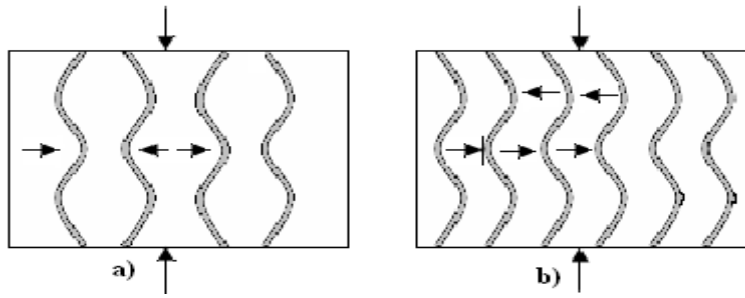


Figure III.22 : Rupture d'un composite soumis à une compression longitudinale.

a. Mode en flambage en extension (figure III.20.a)

Les fibres présentent un flambage en opposition de phase, la matrice subissant des tractions, compression transversales. La résistance en compression est donnée par :

$$R_{com} = 2v_f \left[\frac{v_f E_m E_f}{3(1-v_f)} \right]^{1/2} \quad (III.6)$$

Avec v_f : coefficient du poisson des fibres.

b. Mode en flambage en cisaillement (figure III.22.b)

Les fibres présentent un flambage en phase, et la matrice subissant un effort de cisaillement et la résistance s'écrit :

$$R_{com} = \frac{G_m}{1-v_f} \quad (III.7)$$

III.12 Résistance en compression transversale

Dans le cas de la compression transversale La défaillance entre fibre/matrice est étudiée à l'échelle microscopique ; la rupture se produit par cisaillement de la matrice, dans un plan 45° de l'effort de compression et contenant la direction des fibres.

Une solution est tenue en compte en appliquant un effort multidirectionnel entraîne un accroissement important de la résistance en compression transversale [36].

Conclusion

La rupture finale d'un matériau composite est le résultat de divers mécanisme d'endommagement élémentaires. L'initiation, puis la propagation de la rupture dépend de l'état et des conditions de sollicitations mécaniques imposés, des propriétés des fibres et de la matrice, et aussi de l'interface fibre/matrice. Les performances et la fiabilité d'un composite sont très sensible a la présence de cette dernière. Toutefois, l'optimisation de l'interface apparaît comme une condition nécessaire pour pouvoir tirer pleinement partie du couple fibre/matrice à la base du composite.

Il est donc nécessaire de caractériser le comportement mécanique de la zone interfaciale de manière aussi détaillé que possible par des essais micromécaniques. Le développement et l'analyse de ces tests font l'objet du chapitre IV.

Chapitre IV

***Simulations micromécaniques
sur éprouvettes modèles***

IV.1 Introduction

La nécessité de développer et de valider des modèles de comportement des interfaces fibre/matrice, exige des mesures précises des propriétés de ces interfaces. Cependant, le degré de cette précision dépend fortement du type d'informations que l'on peut extraire à partir des moyens de caractérisation dont on dispose. Plusieurs techniques ont été développées pour la mesure directe du déplacement de la fibre en fonction de l'effort appliqué. La plupart de ces techniques utilisent des éprouvettes monofilamentaires.

IV.2 Technique de mesure des grandeurs interfaciales

L'effet de l'interface dans les composites a fait l'objet d'un grand nombre de travaux. Diverses méthodes d'évaluation des propriétés mécaniques de l'interface ont été mises en œuvre et on peut les classer en deux catégories :

- **Méthodes indirectes** : elles consistent à solliciter un composite dans son ensemble et l'utilisation d'un modèle micromécanique est nécessaire pour déduire les caractéristiques de l'interface. Ces méthodes impliquent par exemple :
 - la mesure de la distance entre microfissures ;
 - la mesure de l'ouverture des fissures à la charge et décharge ;
 - la mesure de la longueur de déchaussement ;
 - l'analyse des cycles de charge/décharge.
- **Méthodes directes** : elles consistent à solliciter une fibre unitaire dans son environnement composite ou dans un système supposé reproduire ses caractéristiques (composite modèle). L'exploitation des résultats est supposée conduire de manière directe au comportement de l'interface. Selon la méthode de sollicitation, on distingue :
 - Le test déchaussement " Pull-out" (traction sur une seule fibre afin de l'extraire de sa gaine matricielle) ;
 - les tests d'indentation : l'indentation classique et le "push-out" et le "push-back" (enfoncement d'une fibre afin de la faire glisser dans la matrice) ;
 - Le test de fragmentation sur un composite monofilamentaire (le composite modèle est sollicité en traction) ;
 - Le test "slice" (compression d'un composite modèle entre deux plaques : inférieur rigide et supérieur ductile).
 -

IV.3 Apport de la micromécanique

Le comportement de l'interface est difficile à caractériser sur le composite global puisque la réponse est diluée (masquée par celle des constituants principaux). Des expériences ont cependant été conçues pour exalter cette réponse, expériences plus simples à analyser puisqu'elles se réalisent à l'échelle même de la fibre.

On considérera ici la fibre ou la particule entourée de matrice, d'abord isolée, puis dans l'environnement naturel constitué par les autres fibres ou particules.

IV.4 État de contrainte à l'interface

IV.4.1 Contraintes locales moyennes

La disparité des coefficients thermo-élastiques entre fibre et matrice fait de l'interface le siège de contraintes si l'on admet qu'il y a continuité des déformations (interface intacte, parfaitement liée, sans décollement ou fissure). Le calcul de ces contraintes pour une fibre ou une particule entourée d'un volume infini de matrice se fait facilement pour des géométries axisymétriques ou planes. À l'état initial, avant application de tout chargement extérieur, des contraintes résiduelles sont présentes, fonctions de la différence des coefficients de dilatation et de l'écart entre la température d'élaboration et la température de référence : pour $E_f > E_m$ et $\alpha < \alpha_m$, la fibre est comprimée par la matrice, radialement et axialement.

- E_f : module d'élasticité de la fibre
- E_m : module d'élasticité de la matrice
- A_f : coefficient de dilatation de la fibre
- A_m : coefficient de dilatation de la matrice

Un calcul simple montre que la contrainte radiale autour d'une fibre unique infiniment rigide atteint un maximum lorsqu'elle est entourée d'un cylindre de matrice 20 fois plus grand, et qu'elle est donnée approximativement par :

$$\sigma_r \approx E_m \Delta T \Delta \alpha \quad \text{IV.1}$$

ΔT écart entre la température du moulage et la température ambiante

$\Delta \alpha$ différence des coefficients de dilatation entre fibre et matrice.

Dans le cas du carbone ou du verre entourés de résine, σ_r est de l'ordre de la moitié de la résistance à rupture de la résine. Le retrait thermique s'exerce également dans le sens long puisque l'interface est censée avoir acquis pendant le chauffage une solidité suffisante ; un micro-flambage voire même la rupture de la fibre peut être observée après retour à la température ambiante [12].

Le calcul des contraintes à l'interface a d'abord été fait analytiquement et certaines vérifications sont effectuées à l'aide de modèles macroscopiques photo-élastiques.

Un résultat de calcul est donné sur la (figure IV.1) pour une traction exercée suivant le sens des fibres disposées en arrangement hexagonal [31]. On voit que, suivant la direction θ autour de la fibre centrale, le signe du rapport de la contrainte radiale (σ_r) à la contrainte longitudinale appliquée (σ_L) change ; c'est encore une compression dans la direction des fibres les plus proches mais c'est une traction suivant la direction à 30° .

La prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique ne fait qu'accentuer cette dissymétrie. Les conclusions tirées de ces calculs prévoient que la probabilité d'une rupture de l'interface est nulle en traction longitudinale, faible en traction transversale et élevée en cisaillement. En l'absence de tout critère d'endommagement de l'interface, cette probabilité ne peut cependant être évaluée que par rapport à la résistance macroscopique de la matrice seule.

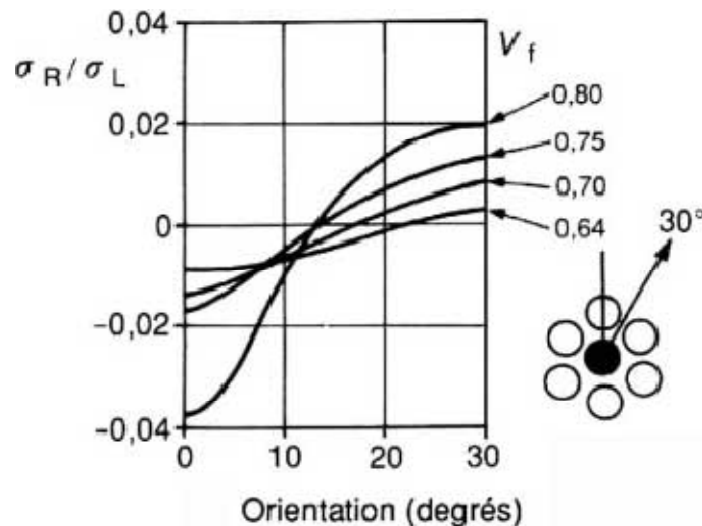


Figure IV.1 : Rapport de la contrainte radiale à la contrainte longitudinale appliquée pour une fibre entourée de 6 voisines plus ou moins proches (V_f) : on passe d'un état de compression à un état de traction selon la direction observée.

Les analyses par éléments finis sont venues confirmer plus récemment ces calculs. Le modèle proposé par Adams [32], par exemple, raisonne sur une cellule comportant un quart de fibre entouré de matrice, représentative d'un arrangement carré. Il incorpore les propriétés du renfort et de la matrice, éventuellement sous forme non linéaire, et calcule l'état de contrainte résultant de la combinaison des chargements.

Les courbes contrainte-déformation pour la caractéristique macroscopique recherchée sont calculées et accompagnées de cartographies des contraintes au niveau de la cellule.

Ici également, aucun critère de rupture de l'interface n'est proposé, mais il reste la possibilité de la dégrader numériquement afin d'identifier le modèle aux résultats expérimentaux.

Cette approche fonctionne un peu comme un système expert puisque la dégradation de l'interface, une fois constatée pour un premier matériau, est susceptible de se retrouver pour un matériau proche dont on peut ainsi prévoir le comportement.

IV.4.2 Contraintes aux extrémités : (transfert de charges)

À la périphérie des particules de charges et aux extrémités des fibres courtes ou des fibres rompues, les concentrations de contraintes sont considérables.

Le point est d'importance puisque c'est par les extrémités que se produit le rechargement du renfort par la matrice, principe du fonctionnement des composites.

Pour une particule sphérique rigide entourée d'une matrice élastique, la contrainte maximale est localisée aux pôles, et vaut environ 2 fois la contrainte de traction appliquée. C'est dans cette zone que l'interface cédera éventuellement. La présence, dans le voisinage, de particules en quantité croissante a pour effet d'abaisser en proportion la contrainte à laquelle la décohésion se manifesterait.

IV.4.2.1 transfert de charges [21]

Un composite ne peut remplir pleinement sa fonction mécanique que si les charges appliquées au matériau peuvent être transmises de la matrice à la fibre. Ce transfert de charge est bien entendu largement conditionné par la réponse mécanique de la zone de contact entre la fibre et la matrice, autrement dit de l'interface ou de l'interphase. Il est possible de décrire les processus de transfert de charge par des modèles micromécaniques simplifiés considérant, par exemple, une V.E.R. constitué d'une fibre noyée dans un cylindre de matrice sur lequel est appliquée une contrainte de traction.

L'écriture des équations d'équilibre élastique permet théoriquement de déterminer le profil de la contrainte de traction dans la fibre et celui du cisaillement à l'interface. A partir de ces données, il est possible d'évaluer la courbe contrainte-déformation du composite. En fonction du comportement supposé de l'interface, différentes réponses peuvent être simulées. Deux modèles pionniers dans ce domaine, ceux de **Cox (1952) [33]** et de **Kelly-Tyson (1964) [34]**, sont détaillés. Dans le modèle de Cox, la liaison entre fibre et matrice est supposée parfaite et le comportement mécanique de ces constituants élastiques.

Au contraire, le modèle de Kelly-Tyson a initialement été développé dans le contexte de matériau à matrice métallique pour lesquels des mécanismes de plasticité sont activés au voisinage de l'extrémité des fibres (figure IV.2).

Un modèle applicable aux composites à matrices polymères et combinant celui de Cox et de Kelly est succinctement présenté à la fin.

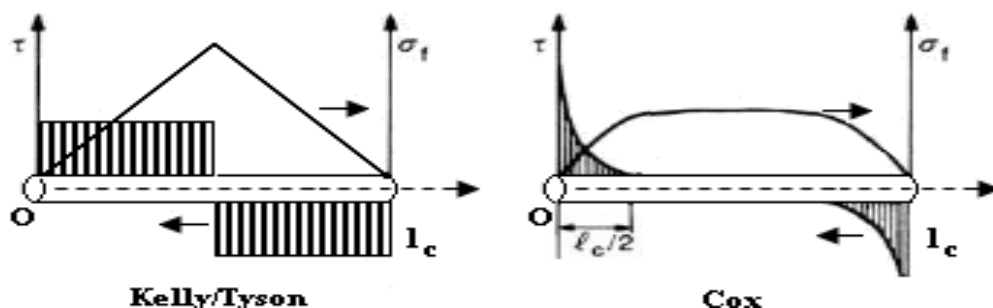


Figure IV.2 : Modèles de Kelly/Tyson et de Cox des profils de contraintes de tension dans la fibre et de cisaillement à l'interface.

IV.4.2.1.1. Modèle de Cox : Transfert de charge élastique

On considère le V.E.R (Volume Élémentaire Représentatif), (figure IV.2) constitué d'un fragment de fibre de rayon (r) a enrobée dans un cylindre de matrice de rayon (R) fixé par la teneur en fibre (v_f) en fonction des hypothèses faites sur l'arrangement des fibres. Ce V.E.R. est soumis à ses extrémités à une déformation en traction (ϵ_1). Seules les composantes axiales des contraintes générées dans la fibre et la matrice sont considérées.

Il s'agit donc d'une approche monodimensionnelle dans laquelle la contrainte axiale dans une section donnée de la fibre est supposée uniforme. La fibre et la matrice sont supposées parfaitement élastiques et la liaison fibre/matrice parfaite.

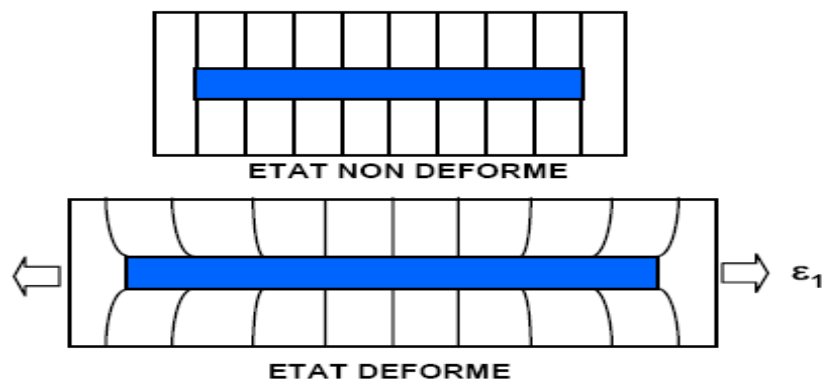


Figure IV.3 volume élémentaire représentatif

a) Profils de contrainte dans la fibre et à l'interface

a.1) Equilibre des forces de cisaillement

On écrit que les forces de cisaillement générées dans la matrice à une distance (r) de l'axe de la fibre ($r > a$) sont équilibrées par la force de cisaillement à l'interface ($r = a$) soit:

$$2\pi r \tau dx = -2\pi a \tau_i dx \quad (IV.2)$$

Où τ et τ_i sont respectivement la contrainte de cisaillement dans la matrice et la contrainte de cisaillement à l'interface. Soit :

$$\tau = - \frac{a}{r} \tau_i \quad (IV.3)$$

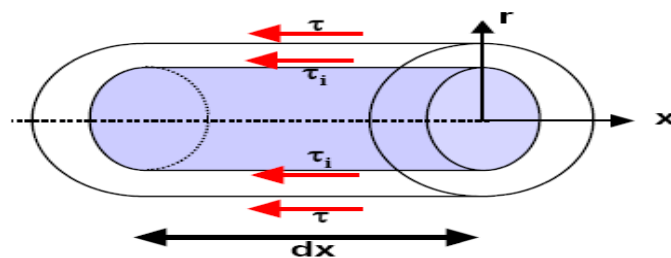


Figure IV.4 équilibre élastique de la matrice en cisaillement.

En faisant l'hypothèse d'un comportement élastique linéaire de la matrice en cisaillement ($\tau = G_m \gamma$), on peut écrire:

$$\gamma = \frac{dw}{dr} = \frac{\tau}{G_m} = \frac{a\tau_i}{G_m r} \quad (IV.4)$$

Où w le déplacement de la matrice selon la direction x
 G_m module de cisaillement de la matrice.

Par intégration, on obtient une expression de la contrainte interfaciale en fonction du déplacement de la matrice en $r = a$ (w_a) et $r = R$ (w_R)

$$\int_a^R dw = \frac{\tau_i a}{G_m} \int_a^R \frac{dr}{r}$$

$$w_R - w_a = \frac{\tau_i a}{G_m} \ln(R/a) \quad (IV.5)$$

$$\text{Soit : } \tau_i = \frac{G_m (w_R - w_a)}{a \ln(R/a)} \quad (IV.6)$$

a.2) Equilibre des contraintes dans un élément de volume dx de fibre

On écrit que la force de traction dans une portion dx de la fibre (figure IV.4) est équilibrée par la force de cisaillement à l'interface:

$$-\sigma_f \pi a^2 + (\sigma_f + d\sigma_f) \pi a^2 - \tau_i (2\pi a) dx = 0$$

$$\pi a^2 d\sigma_f = 2\pi a \tau_i dx \quad (IV.7)$$

$$\frac{d\sigma_f}{dx} = \frac{2\tau_i}{a} \quad (IV.8)$$

$$\text{Ce qui permet d'écrire: } \frac{d^2\sigma_f}{dx^2} = \frac{2}{a} \frac{d\tau_i}{dx} \quad (IV.9)$$

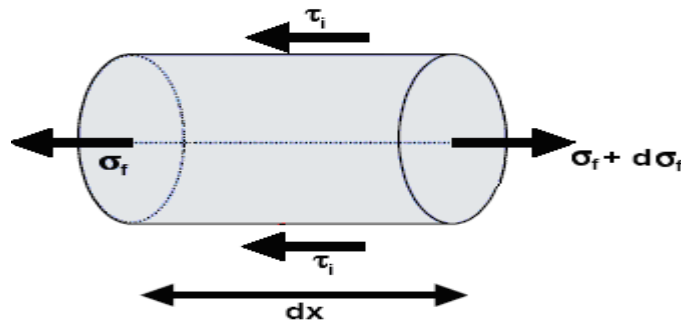


Figure IV.5 : Equilibre élastique d'une portion de fibre.

D'après (IV.9) on obtient:

$$\frac{d\tau_i}{dx} = \frac{G_m}{a \ln(R/a)} \left(\frac{dw_R}{dx} - \frac{dw_a}{dx} \right) \quad (IV.10)$$

Chapitre IV : simulation micromécaniques sur éprouvettes modèles

Pour $r = R$, on suppose que la déformation de la matrice soit égale à la déformation appliquée ε_1

$$\frac{dw_R}{dx} = \varepsilon_m = \varepsilon_l$$

Pour $r = a$, la déformation de la matrice est égale à celle de la fibre (liaison fibre/matrice parfaite) soit:

$$\frac{dw_a}{dx} = \varepsilon_f = \frac{\sigma_f}{E_f} \quad (IV.11)$$

Ce qui permet de décrire l'équilibre élastique du système par l'équation différentielle suivante:

$$\frac{d^2\sigma_f}{dx^2} = \frac{n^2}{a^2} (\sigma_f - E_f \varepsilon_l) \quad (IV.12)$$

Avec:
$$n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln(R/a)}$$

En supposant la contrainte σ_f nulle aux extrémités de la fibre (en $x = -L$ et $x = L$), il est possible de résoudre la formule IV.12. On obtient les solutions suivantes:

- **Contrainte axiale dans la fibre**

$$\sigma_f = E_f \varepsilon_l [1 - \cosh(nx/r) / \cosh(ns)] \quad (IV.13)$$

- **Contrainte de cisaillement à l'interface**

$$\tau_i = \frac{1}{2} n E_f \varepsilon_l \sinh(nx/r) / \cosh(ns) \quad (IV.14)$$

Où $s = L/a$ est le rapport d'aspect de la fibre.

La (figure IV.6) présente Les profils de contrainte correspondant aux équations (IV.13) et (IV.14).

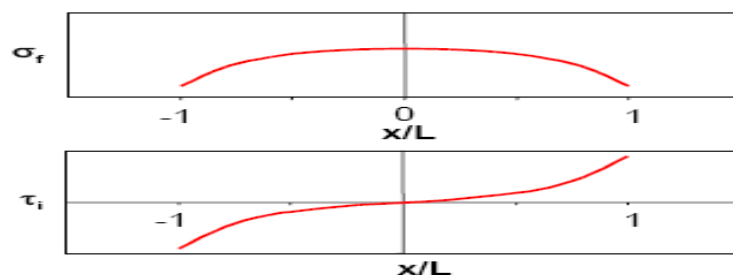


Figure IV.6 : Profils de contrainte dans la fibre (σ_f) et à l'interface (τ_i).

On voit que le développement de contraintes de cisaillement aux extrémités du fragment de fibre se traduit par une mise en charge progressive de celle-ci en traction. Les efforts sont donc bien transférés de la matrice vers la fibre.

IV.4.2.2 Modèle de Kelly-Tyson

Le modèle de Cox montre que le transfert de charge conduit au développement de contraintes interfaciales de cisaillement dont l'amplitude est maximale aux extrémités de la fibre. Dans la réalité, ces concentrations de contraintes sont limitées par le seuil de plasticité de la matrice ou la mise en glissement de l'interface. Par ailleurs, l'approche élastique n'est plus valable dès lors que la contrainte de traction dans la matrice excède sa limite d'élasticité.

Ces phénomènes ont été mis initialement en évidence par Kelly et ses collaborateurs dans le cas de composite à matrice de cuivre renforcés par des fibres de Tungstène et de Molybdène. La très faible limite d'élasticité de la matrice se traduit alors, sous chargement de traction, par le développement précoce et progressif d'une zone de déformation plastique à partir des extrémités de la fibre.

a) Profils de contrainte dans la fibre et à l'interface

Afin de décrire ces processus, Kelly *et al* ont considéré que la contrainte interfaciale était constante aux extrémités de la fibre, dans la zone plastique. L'écriture de l'équilibre élastique de la fibre dans cette portion de fibre donne :

$$\sigma_f = \frac{2\tau_i}{a}(L - x) \quad (\text{IV.15})$$

Cette relation s'applique également au cas où le mécanisme physique mis en jeu aux extrémités de la fibre correspond à un frottement à contrainte constante.

En ce sens, l'utilisation du modèle de Kelly peut être étendue aux composites à matrice élastique dans lesquels le renforcement s'effectue par glissement à l'interface. La déformation dans la fibre ne peut excéder la déformation du composite, ce qui signifie que la contrainte σ_f augmente linéairement (cf équation précédente) à partir de l'extrémité de la fibre, jusqu'à la valeur

$E_f \varepsilon_1$ si la fibre est suffisamment longue.

Cette dernière condition correspond au critère suivant :

$$L_i \geq \frac{a E_f \varepsilon_1}{2\tau_i} \quad (\text{IV.16})$$

Où L_i est une longueur dite inefficace correspondant à la portion de fibre dans laquelle la contrainte de traction n'a pas encore atteint sa valeur maximale $\sigma_{fmax} = E_f \varepsilon_1$.

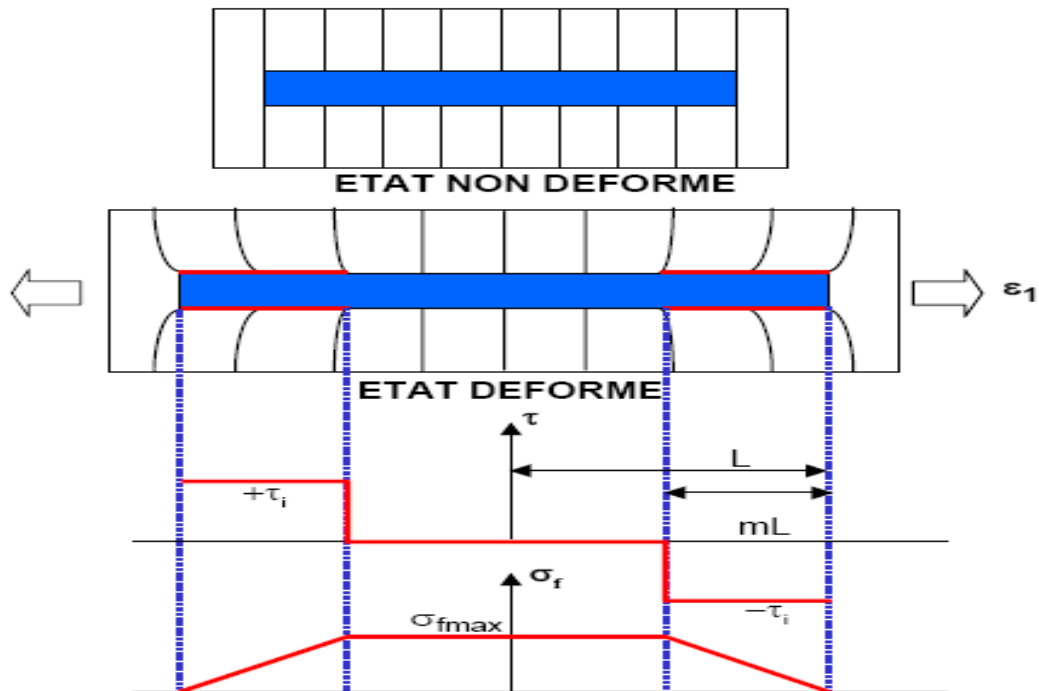


Figure IV.7 : Modèle de Kelly –Tyson.

Il est important de noter que ce modèle prend seulement en compte le transfert de charge se produisant dans la zone plastique située aux extrémités de la fibre. Les effets de transfert de charge élastiques dans la portion centrale de la fibre sont par contre totalement négligés ($\tau_i = 0$). Cette approche n'est valable que si le seuil de plasticité de la matrice (où le seuil de glissement à l'interface) est très bas.

Dans ce cas, la déformation plastique (où le glissement) intervient dès le début de la mise en charge, sans phase de mise en charge élastique préalable.

IV.4.2.3 Modèle Mixte

Dans le modèle de Kelly, les effets de transfert de charge élastique sont totalement négligés, ce qui revient à considérer que la déformation plastique de la matrice, ou la mise en glissement de l'interface, interviennent à des déformations faibles. Dans la réalité, ces processus se produisent souvent après une phase de chargement élastique préalable qu'il convient de prendre en compte.

Dans le cas des composites à matrice polymère, la mise en glissement de l'interface se produit pour une valeur limite de la contrainte de cisaillement interfaciale, τ_d , qui correspond physiquement à la décohésion fibre/matrice. Dans la zone de la fibre décollée, les processus de glissement dépendent de la valeur du coefficient de frottement fibre/matrice et des contraintes radiales appliquées sur la fibre.

Chapitre IV : simulation micromécaniques sur éprouvettes modèles

Dans une telle situation, la valeur correspondante du cisaillement interfaciale, τ_g , est très souvent inférieure à la valeur de la contrainte de décohésion τ_d . Afin de rendre compte de ces processus, on peut alors considérer un V.E.R (figure IV.8) dans lequel :

- La portion centrale de la fibre est soumise à un chargement élastique, la valeur du cisaillement interfacial étant limitée par la contrainte de décohésion τ_d . Dans cette zone, nous écrivons exactement les mêmes équations d'équilibre élastique que celles introduites dans le modèle de Cox.
- Dès lors que $\tau_i > \tau_d$, on considère un glissement à contrainte constante τ_g . Le transfert de charge dans cette zone s'effectue selon les hypothèses du modèle de Kelly.

La résolution des équations d'équilibre avec les conditions aux limites appropriées permet de calculer la relation contrainte/déformation suivante :

$$\sigma_l = [V_f E_f + V_m E_m] \varepsilon_l - \frac{V_f}{s} \left[\frac{(E_f \varepsilon_l)^2 - (2\tau_d/n)^2}{4\tau_g} + \frac{2\tau_d}{n^2} \right] \quad (\text{IV.17})$$

Pour les faibles valeurs de σ , le deuxième terme du second membre de l'équation (IV.17) induit une non linéarité dans la relation contrainte-déformation.

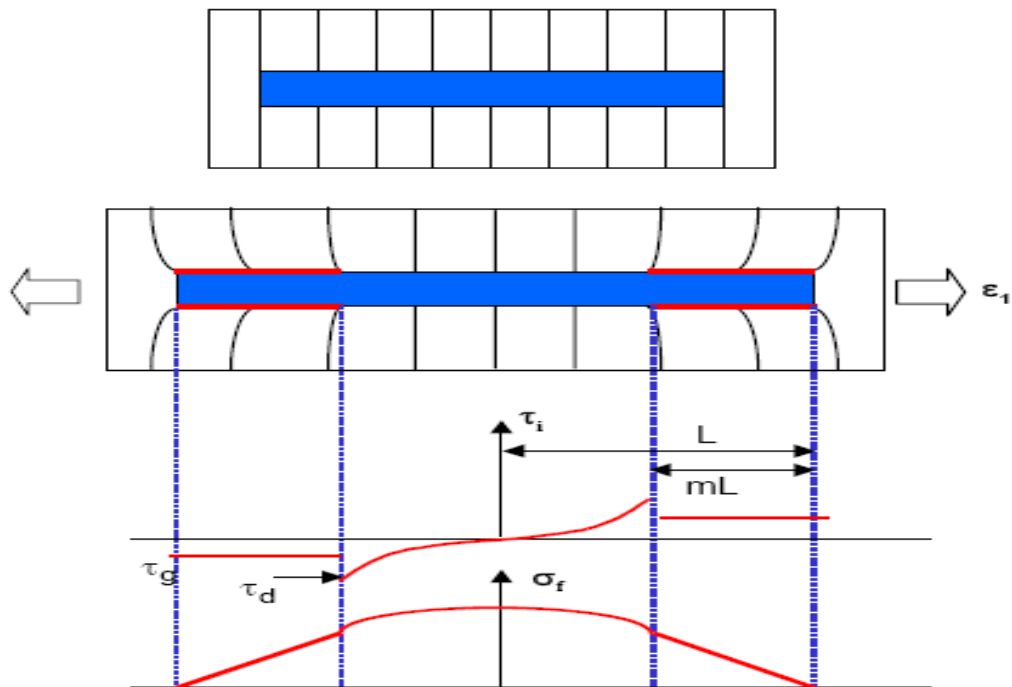


Figure IV.8 : Modèle Mixte.

IV.5 analyse micromécanique sur composites modèles mono-filamentaire

Des essais sur composites modèles mono-filamentaires permettent d'accéder localement à l'adhésion fibre/matrice en mesurant la résistance interfaciale et d'établir les traits fondamentaux du transfert de charge et de la rupture interfaciale. Il existe principalement quatre méthodes de mesure disponibles :

- o essai compression ;
- o essai fragmentation ;
- o pull-out / microgoutte ;
- o micro-indentation.

IV.5.1 essai de compression

Cette méthode [35] consiste à solliciter en compression des éprouvettes parallélépipédiques ou en forme d'haltères (figure IV.9).

Le principe est de mesurer la contrainte de compression σ_c pour laquelle un début de décohésion est détecté soit au niveau de l'étranglement (éprouvettes haltères) soit au niveau des extrémités de la fibre (éprouvettes parallélépipédiques). La détection de la décohésion est assurée optiquement au moyen d'une lampe (dans le cas des résines transparentes) ou par émission acoustique.

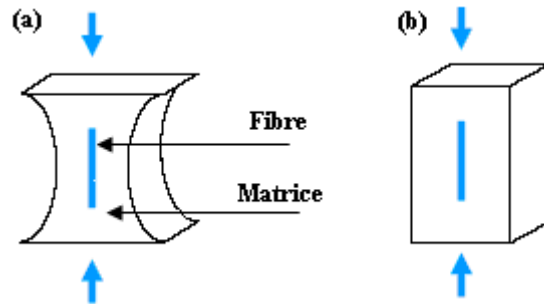


Figure IV.9 : Essai de compression a) test de MC Garry
b) test de broutman.

Le calcul de la résistance interfaciale en traction $\sigma_{\perp}$ est réalisé par :

$$\sigma_{\perp} = \frac{\sigma_c (\nu_m - \nu_f) E_f}{(1 + \nu_m) E_f + (1 - \nu_f - 2\nu_f^2) E_m} \quad (IV.18)$$

Le calcul de résistance interfaciale en cisaillement τ_i est alors réalisé pour une éprouvette de dimension $3,8 \times 1,3 \times 1,3$:

$$\tau_i = 2,5 \sigma_c \quad (IV.19)$$

Cette technique est utile notamment pour la caractérisation des composites de structure, du fait qu'elle ne nécessite pas d'éprouvettes de grandes dimensions pour les

tests et actuellement peu utilisée en raison notamment des difficultés liées à la fabrication des éprouvettes et à l'application des critères d'endommagement en raison des effets de concentration de contraintes difficilement contrôlables. La mesure indirecte du déplacement des fibres rend ces essais difficiles à interpréter [4].

IV.5.2 essai de fragmentation

Les essais de fragmentation font intervenir une fibre unique totalement enchâssée dans une éprouvette de résine sollicitée en traction. La fibre subit alors des ruptures successives à chaque fois que sa résistance en traction est atteinte, et ce, jusqu'à ce que les morceaux restants atteignent une longueur critique ne permettant plus au transfert de charge par cisaillement.

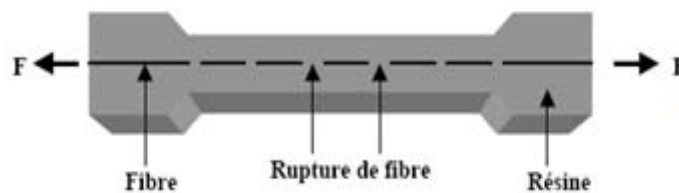


Figure IV.10 essai de fragmentation

Ce test est efficace pour la détermination de la résistance de cisaillement de l'interface fibre/matrice surtout quand celle-ci est forte [10], et la relation donnée par l'équation IV.20

$$\tau_i = \frac{\sigma_{FR}(l_c)d}{l_c} \quad (\text{IV.20})$$

Le calcul de cette résistance nécessite la détermination de deux termes $\sigma_{FR}(l_c)$ et d/l_c auxquels il est possible d'accéder de différentes manières.

- La contrainte à la rupture d'une fibre $\sigma_{FR}(l_c)$ peut être mesurée directement en utilisant une fibre de longueur l_c , qui est très délicate ; de déterminée par extrapolation à $l=l_c$ des mesures obtenues pour différentes longueurs ; ou encore approximée à partir de la distribution des résistances pour une longueur l donnée en appliquant la loi statique de Weibull.
- Le facteur de forme d/l_c (diamètre / longueur critique de fibre) peut être déterminé à partir de la distribution des longueurs en utilisant une loi de Weibull ; ou bien calculé approximativement en utilisant la formule (IV.21).

$$l_c = \frac{4}{3} \frac{L}{(N+1)} \quad (\text{IV.21})$$

Avec L longueur de l'éprouvette ;
 N nombre de rupture de la fibre.

On peut obtenir N et L par :

- par émission acoustique (une rupture = un événement acoustique d'où N);

- par microscopie à transmission en lumière polarisée (observation à travers une matrice transparente d'où N et L).

Cette technique, relativement simple à mettre en œuvre, présente néanmoins l'inconvénient de ne pouvoir être utilisée qu'avec des matrices fortement déformables, ce qui est rarement le cas des résines commerciales [37]. Dans le cas de systèmes verre/époxy, des problèmes de fissuration de la matrice et d'absence de décohésion interfaciale ont par exemple pu être constatés. Les propriétés des matrices n'ont conduit qu'à un nombre très limité de rupture de fibres dans la configuration classique du test de fragmentation.

IV.5.3 Essai de micro-indentation « push-through »

Principe de l'essai

Dans des développements plus récents une technique d'indentation a été utilisée pour mesurer les propriétés interfaciales des matériaux composites. Marshall a été le premier à proposer qu'un indenteur pyramidal de type Vickers soit utilisé pour mesurer la contrainte interfaciale dans un matériau composite.

Cette technique consiste à appliquer une poussée avec un indenteur pointu (pyramide Vickers) sur le centre d'une fibre affleurant une section normale poli. La fibre glisse le long de l'interface fibre/matrice sur une force qui dépend de la force d'indentation (figure IV.11). La mesure de la contrainte de décohésion σ_d permet alors de déduire la résistance interfaciale au cisaillement τ_i qui est une fonction assez complexe de σ_d , des caractéristiques élastiques G_m de la matrice et E_f de la fibre, du diamètre d de la fibre et de la distance inter fibres. Dans ce type de test nous utilisons un produit fini qui intègre les paramètres de fabrication du matériau.

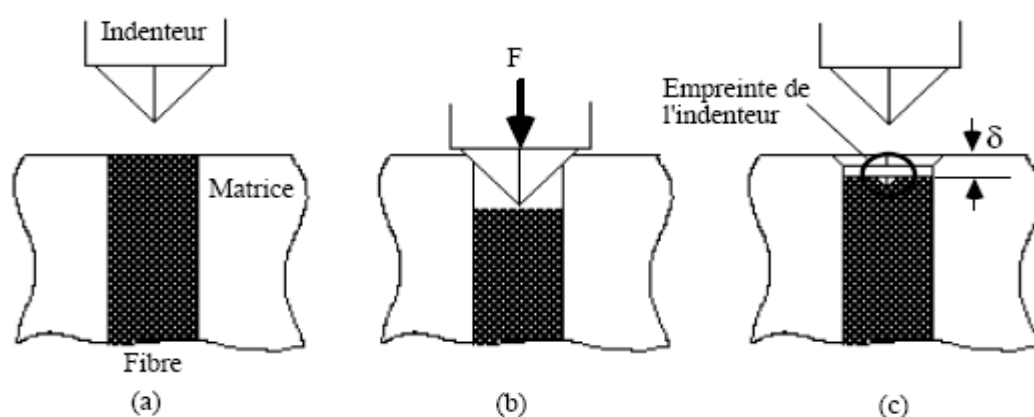


Figure IV.11 : Schéma de l'essai d'indentation, (a) avant, (b) pendant et (c) après, d'après MARSHALL, [1984].

L'essai est réalisé à vitesse de déplacement de l'indenteur constante. Pendant le test d'indentation, l'effort et le déplacement de l'indenteur sont enregistrés au cours du temps,

ce qui permet de tracer la courbe charge décharge associée à chaque essai. Les vitesses d'indentation choisies lors des essais d'indentation sont 0,1 ou 0,2 $\mu\text{m/s}$; l'utilisation de faibles vitesses se sont révélées nécessaires pour limiter les effets d'impact susceptibles de provoquer une fracturation de la fibre. Après l'essai, un contrôle optique permet de s'assurer de la précision de la visée ainsi que d'un éventuel défibrage ou d'une fracturation de la fibre testée. Le succès des essais est également étroitement lié à la qualité du polissage des échantillons testés, un polissage inadapté nuisant au bon repérage des fibres et provoquant leur fragilisation préliminaire. [4]

IV.5.4 Teste de déchaussement de microgoutte (pull-out)

IV.5.4.1 Principe du test de la goutte

La méthode de pull-out (ou de la microgoutte) reste le test le plus simple mais aussi celui ayant fait l'objet des développements et améliorations les plus nombreux ces dernières années. Il s'agit ici d'extraire une fibre unitaire préalablement enchâssée dans un bloc [17], un disque ou une gouttelette [18] de résine (figure IV.12).

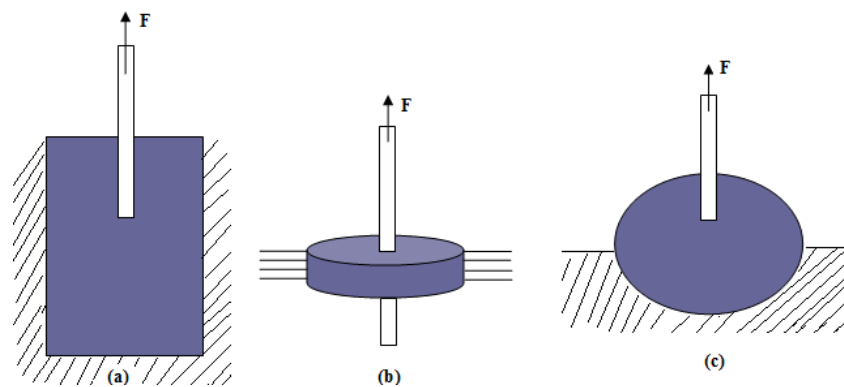


Figure IV.12 : différents configurations de pull-out : (a) Piggott 1986 (b) Favre 1981, (c) hampe 1990

Cette technique permet d'avoir accès à divers paramètres caractéristiques de l'interface comme les contraintes de décohésion et de frottement, le coefficient de frottement et aussi l'évolution de la résistance de l'interface (l'usure à l'interface). Néanmoins il faut rappeler que cette technique est délicate à réaliser surtout avec des fibres ayant des petits diamètres.

La (figure IV.13) présente une courbe typique obtenue lors d'un essai de déchaussement. Cette courbe montre la valeur de la force de défibrage (F_d) avec une chute brutale de la force en fonction du déplacement. La force de défibrage est liée au phénomène de rupture à l'interface, auquel succède une phase de frottement entre la fibre, décollée, et la matrice jusqu'à extraction totale de la fibre [38].

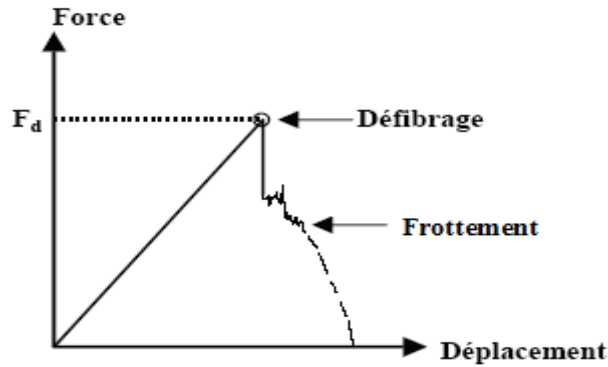


Figure IV.13: Essai de déchaussement en traction.

La force F_d est un paramètre important de l'essai, la longueur de la fibre enchâssée est notée L . Dans le cas de systèmes à forte adhésion interfaciale, cette longueur doit être suffisamment faible pour que la force nécessaire au défibrage reste inférieure à la force de rupture en traction de la fibre.

IV.5.3. 2 Les différents modèles de test de la goutte

On distingue deux grands types d'approches :

- une approche de type mécanique de la rupture, réalisant un bilan des énergies mises en jeu au moment de la rupture interfaciale (critère énergétique) ;
- une approche de type shear-lag qui opère un bilan des contraintes existant au sein du système fibre/goutte (critère de contrainte maximale).

a. Modèles utilisant un critère énergétique

L'intérêt de ce type de modèle a été souligné notamment par Piggott [31]; après avoir lui-même employé, dans ces premiers travaux, un critère de contrainte, il a préféré choisir un critère énergétique pour interpréter les essais pour lesquels apparaît un processus de rupture fragile-ce qui est le cas, en particulier, des systèmes verre ou carbone/époxy.

a.1 Modèle de Piggott

La géométrie utilisée est celle du pull-out (1989), où une fibre de rayon r possède une extrémité enchâssée sur une longueur L dans un cylindre de résine de rayon R (figure IV.14). Sous l'action de la force de traction, F , à laquelle est soumise la fibre, la matrice est cisailée. La fibre se déchausse brutalement pour une force F_c telle que :

$$F_c = 2\pi r \sqrt{(E_f G_i)} \sqrt{\left(\frac{nL}{r} \right) \left(\frac{nL}{r} \right)} \quad (IV.22)$$

$$\text{Avec : } n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln\left(\frac{R}{r}\right)},$$

E_f : module d'Young de la fibre,
 G_m : module de cisaillement de la matrice et
 G_i : énergie de rupture de l'interface.

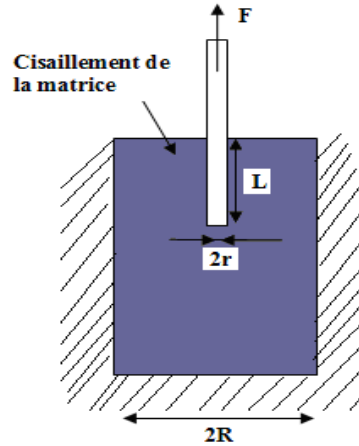


Figure IV.14: géométrie de l'essai utilisée par Piggott

a.2 Modèle de Penn

La géométrie décrite par Penn et Chou (figure IV.15) se rapproche plus de celle du test de la goutte. Les auteurs considèrent une fissuration initiale de l'interface de longueur a . l'équilibre énergétique indique qu'une partie de l'énergie élastique emmagasinée est libérée pour permettre la rupture de l'interface. Ceci donne l'expression de la force de défibrage F_c :

(IV.23)

$$F_c = \frac{2\pi r \sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{\left(1 + \frac{1}{ch^2 \left(n \left(\frac{L-a}{r}\right)\right)}\right)}}$$

$$\text{Avec } n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln\left(\frac{R}{r}\right)}$$

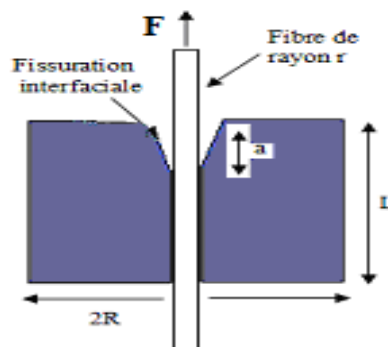


Figure IV.15 : modèle de Penn et chou

Cette expression se simplifie dans le cas où la longueur fissurée est négligeable devant la longueur d'enchâssement ($a \ll L$) pour donner la formule IV.24; ceci représente en particulier le cas des échantillons pour lesquels les observations en Microscopie Electronique à Balayage n'ont jamais révélé de fissure.

$$F_c = \frac{2\pi\sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{\left(1 + \frac{1}{ch^2\left(\frac{nL}{r}\right)}\right)}} \quad (IV.24)$$

Cette expression fait intervenir les mêmes paramètres que celle de Piggott, en particulier en ce qui concerne le paramètre n , celui-ci est étroitement lié au cisaillement de la gaine de matrice d'épaisseur $(R-r)$. Quand la longueur d'enchâssement L devient suffisamment importante, la formule (IV.24) possède une forme simplifiée $F_c = 2\pi\sqrt{(rE_f G_i)}$ qui ne peut être utilisée dans le cas, des longueurs de fibre enrobée étant trop faibles.

a.3 Modèle de Palley

Ce modèle permet de prendre en compte l'écartement éventuel, h , des deux lames par rapport à la fibre, cet écartement engendrant alors, au cours du test, le cisaillement d'un cylindre de matrice d'épaisseur h autour de la fibre ; la matrice se trouvant sous les lames est, quant à elle, comprimée pendant le test (figure IV 16). Après l'amorçage de la rupture de l'interface, un frottement entre la fibre décollée et la matrice est pris en compte [31].

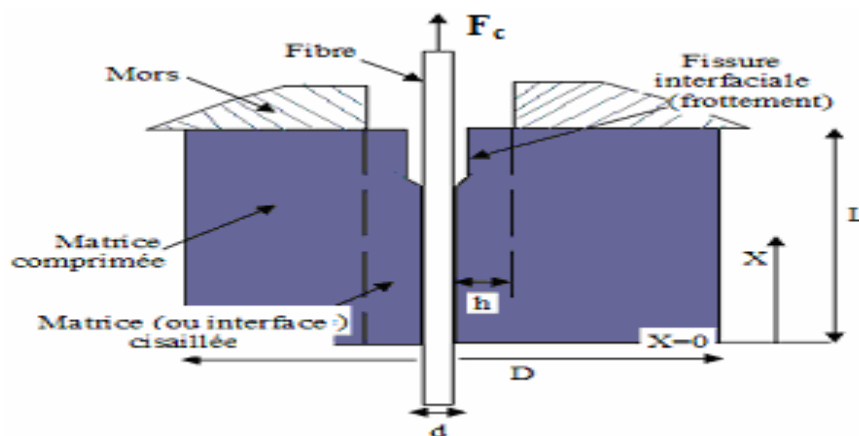


Figure IV.16: définition de la géométrie employée par Palley et Stevans

Palley et Stevans se placent en élasticité linéaire et considèrent l'amorçage et la propagation d'une fissure cylindrique à l'interface. Le bilan énergétique qu'ils écrivent conduit à une expression assez complexe de la force de défibrage, F_c , en fonction notamment de la

position du front de fissure ; ceci leur permet de réaliser une étude de l'évolution de la force au cours de la phase de propagation de la fissure.

L'expression donnant F_c se simplifie alors en supposant, d'une part que la contribution du cisaillement d'un cylindre intérieur de matrice est négligeable, et d'autre part que le frottement à l'interface est très faible. On aboutit à la formule suivante :

$$F_c = 2\pi r \frac{\sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{1 + \frac{E_f}{E_m \left(\frac{D^2}{d^2} - 1 \right)}}} \quad (\text{IV.25})$$

b. Modèles utilisant un critère de contrainte

Ce groupe de modèles vise à évaluer le profil des contraintes à l'interface en fonction de la charge appliquée. Cette approche, plus simple que l'approche énergétique, donne bien souvent des résultats plus proches de la réalité expérimentale.

b.1 Analyse de GRESCZCZUK (1969)

L'analyse GRESCZCZUK est la théorie de référence pour le test du pull out, il fait des hypothèses quand le modèle est élastique, linéaire, et que les effets radiaux sont négligeables. La contrainte de cisaillement n'est pas constante le long d'une fibre, la formation suivante estime la valeur de cette contrainte en un point sur une fibre qui est distante de l par rapport à une origine (0), la fibre est enfoncée dans la matrice à une profondeur L_0 par rapport au même origine (figure 17).

GRESCZCZUK a été le premier à modéliser la force maximale F_d pour laquelle apparaît la décohésion et la force F_0 correspondante au début du glissement.

[25].

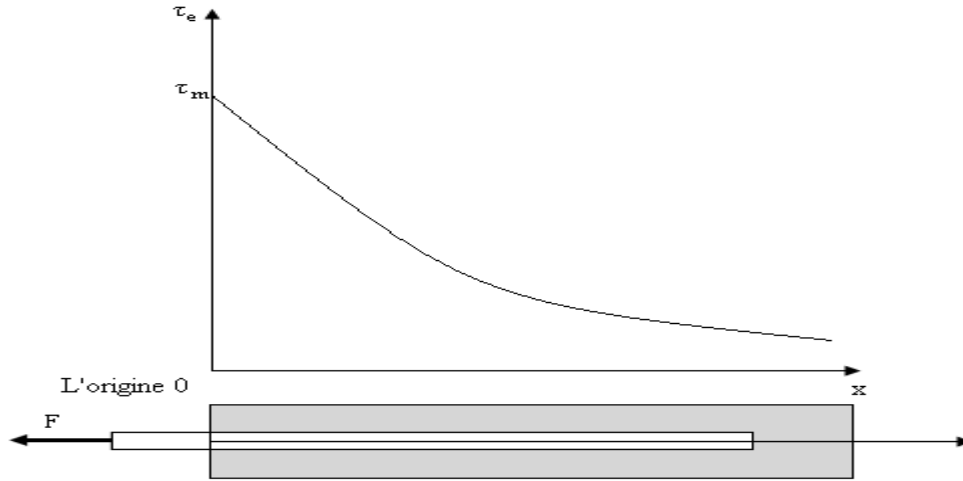


Figure IV.17 : Allure de la contrainte de cisaillement interfaciale en fonction de la distance par une origine (la méthode du pull out)

L'expression analytique de τ_i est, dans le cas d'une fibre de rayon r :

$$\tau_i = \frac{F\alpha}{2\pi r} (\coth(\alpha l) \cosh(\alpha x) - \sinh(\alpha x)) \quad (IV.26)$$

$$\text{Où } \alpha = \left[\frac{2\pi G_m}{\ln \frac{r}{R}} \left(\frac{1}{\pi r^2 E_f} - \frac{1}{\pi R^2 E_m} \right) \right]^{\frac{1}{2}}$$

La valeur moyenne de τ_i au moment de décohésion, soit : $\tau_{moy} = \frac{F_d}{2\pi r L}$

L'expression (IV.26) donne pour $x=0$ (à l'encastrement) : $\tau_{max} = \frac{F\alpha}{2\pi r} \coth \alpha L$ $\sigma_d = \tau_{max} \frac{th \alpha L}{\alpha L}$

b.2 Modèle de contrainte moyenne

Cette hypothèse est celle réalisée par le modèle de contrainte moyenne. L'équilibre des forces sur la fibre donne :

$$F = 2\pi r l \tau_i \quad (IV.27)$$

Où l est la longueur enchâssée, r le rayon de la fibre et τ_i la résistance interfaciale en cisaillement. Cette formule donne une évaluation de la contrainte moyenne de cisaillement ; elle est amplement utilisée tant pour le test de la goutte qu'en pull-out ou même en microindentation. Sa simplicité permet une exploitation rapide des résultats.

b.4 Les études Raman

La spectroscopie Raman permet d'obtenir une mesure directe des déformations et, ce, à un niveau microscopique puisque la résolution est de quelques microns. Cette technique a déjà été couplée avec succès aux tests micromécanique de fragmentation et pull-out, permettant une visualisation directe du profil de déformation globale appliquée à l'éprouvette. On peut remonter au profil de la contrainte de cisaillement interfacial, τ_i , en écrivant classiquement l'équilibre des forces sur une section de fibre (figure IV.18) et en supposant l'élasticité de la fibre, d'où : $\tau_i = E_f \frac{rd\varepsilon}{2dx}$ ou ε est la déformation axiale dans la fibre et E_f le module d'Young.

Le Raman ne peut être utilisé que pour étudier des fibres situées en surface d'un composite, pour une matrice transparente et pour des fibres possédant un signal Raman suffisamment intense. D'où sa bonne application sur des composites modèles comme ceux testés en pull-out et fragmentation.

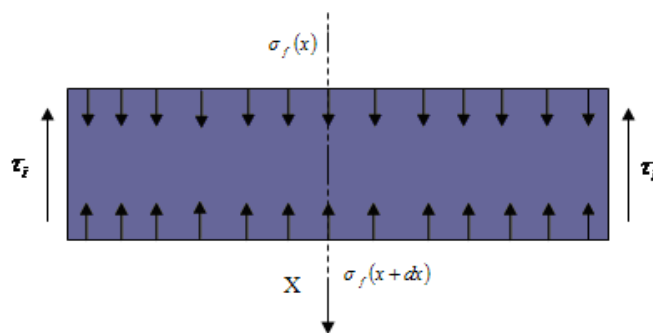


Figure IV.18 : équilibre des forces sur une section de fibre

IV.5.4.3 Méthode de déchaussement (pull-out)

L'essai de déchaussement est considéré comme étant la technique la plus avancée. Cette manipulation consiste à déposer une goutte de résine autour d'une fibre puis à positionner le tout au niveau d'un mors mobile sur une machine de traction. Enfin, la fibre est soumise à un effort de traction jusqu'à déchaussement de la goutte de résine pour caractériser l'évolution de l'interface [38], cette approche basée sur un critère de contrainte pour une configuration géométrique se rapprochant au mieux de la configuration réelle du test (figure IV. 19).

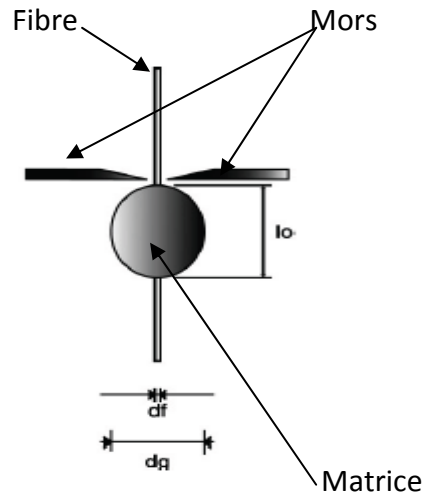


Figure IV.19: géométrie réelle du la goutte

Cette observation découle des observations à la loupe binoculaire. En effet, les mors sont toujours représentés comme deux lames fines et anguleuses. En fait, à l'échelle d'une fibre de carbone par exemple, ces lames paraissent beaucoup plus émoussées avec un rayon de courbure au moins du même ordre de grandeur que celui de la fibre testée. Le profil géométrique de ces lames va permettre un encastrement de la goutte qui, au cours du test, va venir se coincer entre elles ; le ménisque résiduel que l'on peut observer après le test échappe sans doute à la prise de ces mors (défaut de rapprochement des lames).

De plus, aux longueurs d'enchaînement la goutte n'est pas sphérique mais plutôt elliptique, et La (figure IV.20) représente le test de la goutte avant et après déchaussement [39].

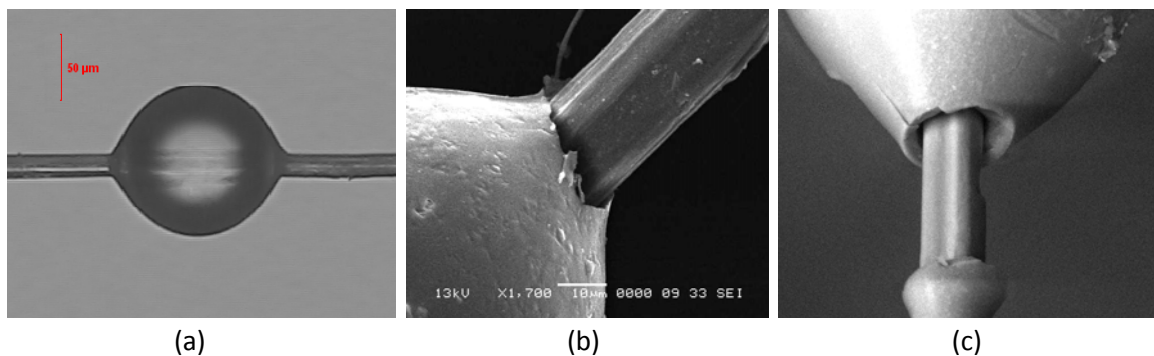


Figure IV.20: exemples de microgoutte de résine déposée sur une fibre de lin : (a) avant déchaussement, (b) et (c) après déchaussement

Remarque : Le modèle que nous développons est réalisé dans le même esprit que celui de Greszczuk (même type de mise en équation), la géométrie et les conditions aux limites étant adaptées au cas du test de la goutte.

L'hypothèse la plus simple que l'on puisse faire concernant la contrainte de cisaillement interfaciale est qu'elle est constante tout le long de la fibre. Dans cette hypothèse, nous pouvons écrire la relation liant la force de traction F_d à la contrainte de cisaillement τ_i :

$$F_d = 2\pi r l \tau_i \quad (IV.28)$$

Où r rayon de la fibre

l longueur enchâssée de la fibre

τ_i résistance interfaciale en cisaillement.

L'avantage de cette formule est sa simplicité qui permet d'obtenir rapidement des résultats plausibles proches de ceux obtenus par des analyses plus raffinées.

IV.5.4.4 Analyse des contraintes

a. Notion de longueur critique enchâssée

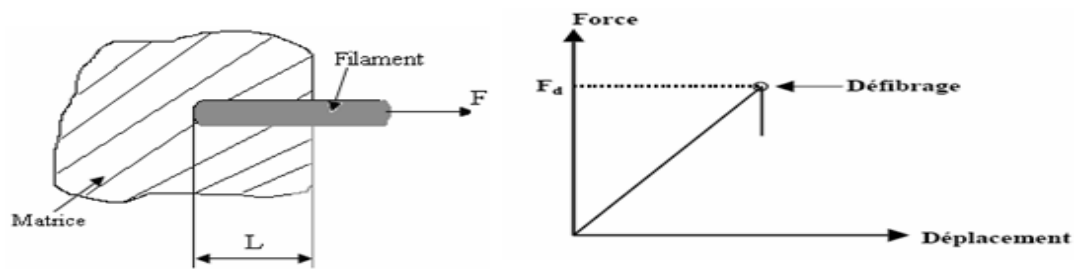


Figure IV.21 : Représentation de la longueur enchâssée

Hypothèse

La contrainte de cisaillement à l'interface fibre-matrice est constante tout au long de cette interface.

$$(\pi r^2) \sigma = (2\pi r) l \tau = F$$

Pour qu'il puisse y avoir décollement interfacial (τ_i), il faut que la force F soit inférieure à la force de rupture en traction de la fibre F_c .

$$\tau_i = \frac{F}{\delta_f} = \frac{F}{(P.l)} \quad \text{avec } p=2\pi r$$

Nous avons décohésion Pour $F=F_d$

$$\tau_d = \sigma_d = \frac{F_d}{(P.l)}$$

Nous avons décohésion sans rupture de la fibre si :

$$F_f^R \geq F_d \text{ (résistance en traction de la fibre)} \quad (IV.29)$$

Pour respecter cette longueurs (L) critique d'enchâssement est évaluée

$$F_d = \sigma_d (2\pi Lc) \quad (IV.30)$$

$$F_R^f = [\sigma_R^f] (\pi r^2) \quad (IV.31)$$

On remplace (IV.30) et (IV.31) dans (IV.29) on aura :

$$L_c \leq \frac{[\sigma_R^f]}{2 \sigma_d} r \quad (IV.32)$$

Avec L_c est la longueur critique.

Pour des valeurs d'enchâssement inférieur à L_c le test du pull out peut être réalisé.

Par exemple pour les fibres de verre $E : 2r=8\mu m$, $\sigma_r = 3500 MPa$ et τ_i peut être évalué à au moins 50 MPa, d'où $L_c=140 \mu m$

De ce fait, il apparaît que la géométrie réelle de l'essai peut être modélisée comme indiqué la (figure IV.22). La goutte est représentée par un cylindre de longueur L , ou L n'est pas la longueur d'enchâssement, mais bien la longueur de goutte s'étant décollée de la fibre au cours de l'essai.

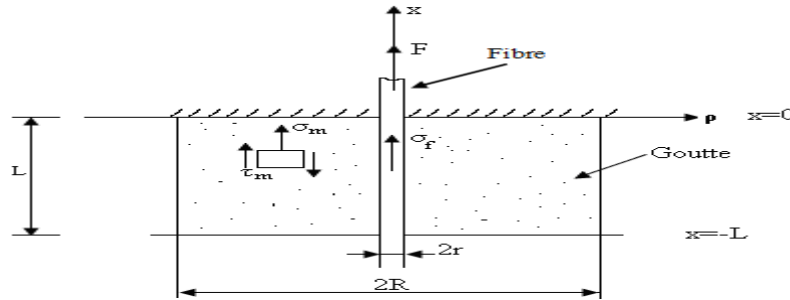


Figure IV.22 : Modélisation de la microgoutte.

b. Géométrie considérée de la goutte

L'indice "m", "f", se rapporte à la matrice et la fibre, τ_i désigne la contrainte de cisaillement à l'interface c'est-à-dire $\rho=r$.

Nous plaçons dans un cadre élastique, linéaire, avec symétrie de révolution (pas de torsion). Nous supposons que les contraintes axiales dans la matrice σ_m , et dans la fibre σ_f , ne dépendent pas de ρ . Les effets radiaux sont négligeables. Ces effets comprennent le gonflement de la matrice et la contraction de la fibre dus aux effets du coefficient de poisson.

Mise en équation

Les conditions aux limites sont :

- En $x=0$, $\sigma_f = F/\pi r^2$ et en $x=L$, $\sigma_f = 0$
- En $x=0$, $\sigma_m = F/\pi(R^2 - r^2)$ et en $x=L$, $\sigma_m = 0$
- En $\rho=r$, $\tau_m(x, \rho) = \tau_i(x)$ et en $\rho=R$, $\tau_m(x, \rho) = 0$

Etudions maintenant l'équilibre des forces s'appliquant sur diverses parties du système total fibre +goutte (figure IV.23).

L'équilibre des forces opérant sur la fibre entières nous donnons :

$$F = \int_{x=-L}^{x=0} (2\pi r) \tau_i(x) dx \quad (IV.33)$$

Et sur une section de la fibre

$$\frac{d\sigma_f}{dx} = -\frac{2\tau_i(x)}{r} \quad (IV.34)$$

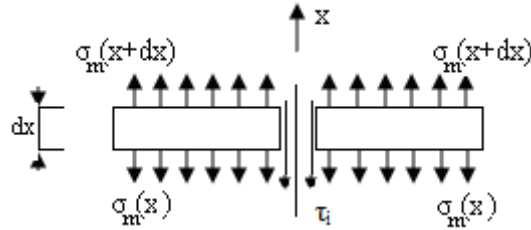


Figure IV.23 : équilibre des forces sur une section de matrice

Considérons une tranche de résine de hauteur dx on peut écrire :

$$[\sigma_m(x+dx) - \sigma_m(x)]\pi(R^2 - r^2) - 2\pi r \tau_i dx = 0 \quad (IV.35)$$

Soit en premier ordre en dx

$$\frac{d\sigma_m}{dx} = \frac{2r}{(R^2 - r^2)} \tau_i(x)$$

Ecrivons l'équilibre d'un anneau de matrice de hauteur dx et d'épaisseur dp (figure IV.24)

$$[2\pi(\rho + d\rho)dx \tau_m(\rho + d\rho, x)] + [2\pi\rho d\rho \sigma_m(x+dx)] - [(2\pi\rho dx) \tau_m(\rho, x) + 2\pi\rho d\rho \sigma_m(x)] = 0$$

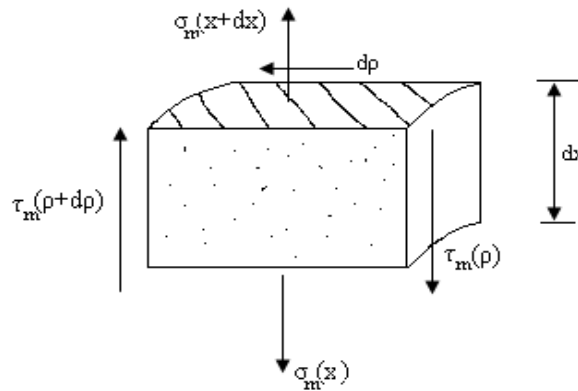


Figure IV.24 : équilibre d'un anneau unitaire d'une matrice

En exprimant cette équation au premier ordre en dp et dx on obtient :

$$\frac{\delta\sigma_m(x)}{dx} + \frac{\delta\tau_m}{d\rho}(\rho, x) + \frac{\tau_m(\rho, x)}{\rho} = 0$$

Chapitre IV : simulation micromécaniques sur éprouvettes modèles

$\frac{\delta\sigma_m}{dx}$ ne dépendent pas de ρ , nous avons à résoudre une équation différentielle du premier ordre en τ_m de type :

$$\rho\tau'_m + \tau_m + \rho A = 0$$

Soit encore

$$(\rho\tau_m)' + \rho A = 0 \quad \text{où} \quad A = \frac{\delta\sigma_m}{\delta x}$$

Cette équation admet pour solution :

$$\rho\tau_m = -A\frac{\rho^2}{2} + B$$

B étant une constante d'intégration

Les conditions aux limites donnent :

$$\text{En } \rho = R, \tau_m = 0 \Rightarrow A = \frac{2B}{R^2}$$

$$\rho = r, \tau_m = \tau_i \Rightarrow \frac{B}{r} - \frac{Ar}{2} = \tau_i$$

D'où

$$\tau_m(\rho, x) = \frac{r\tau_i(x)}{\rho(1 - r^2/R^2)} \left(1 - \frac{\rho^2}{R^2}\right) \quad (\text{IV.36})$$

Notons ω le déplacement suivant x , les effets radiaux étant supposés négligeables, au sein de la matrice, on a :

$$\gamma_{\rho,x} = \frac{d\omega}{d\rho} = \frac{\tau_m}{G_m}, \quad \text{où } G_m \text{ désigne le module de cisaillement de la matrice}$$

En intégrant cette dernière expression entre r et R , on aboutit à :

$$\omega_R - \omega_r = \int_r^R d\omega = \int_r^R \frac{\tau_m}{G_m} d\rho$$

Avec ω_R le déplacement axial en $\rho=R$

ω_r le déplacement axial en $\rho=r$

L'expression (IV.36) nous permet d'écrire

$$\omega_R - \omega_r = \frac{r\tau_i(x)}{2G_m\left(1 - \frac{r^2}{R^2}\right)} \left[2\ln\left(\frac{R}{r}\right) - 1 - \frac{r^2}{R^2}\right] \quad (\text{IV.37})$$

De plus

$$\frac{d\omega_r}{dx} = \varepsilon_f = \frac{\sigma_f}{E_f}$$

D'après (IV.34)

$$\frac{d^2 \omega_r}{dx^2} = -\frac{2\tau_i}{rE_f} \quad (\text{IV.38})$$

Et $\frac{d\omega_R}{dx} = \varepsilon_m = \frac{\sigma_m}{E_m}$ d'après (IV.35)

$$\frac{d^2 \omega_R}{dx^2} = \frac{2r\tau_i}{E_m(R^2 - r^2)} \quad (\text{IV.40})$$

En combinant les équations (IV.37), (IV.38), (IV.39), on obtient une équation différentielle du second ordre à coefficient constant en τ_i :

$$\tau_i'' - \alpha^2 \tau_i = 0 \quad (\text{IV.41})$$

Avec
$$\alpha^2 = \frac{4G_m \left[\frac{r^2}{R^2} \left(\frac{E_f}{E_m} - 1 \right) + 1 \right]}{r^2 E_f \left[2Ln\left(\frac{R}{r}\right) - \left(1 - \frac{r^2}{R^2} \right) \right]}$$

En effet, expérimentalement, on a toujours $\frac{R}{r} \geq 1.65$ ce qui signifie :

$$2Ln\left(\frac{R}{r}\right) \geq 1 - \frac{r^2}{R^2}$$

Le terme noté α^2 est donc bien positif.

La résolution

L'équation (IV.49) admet pour solution : $\tau_i = Cch(\alpha x) + Dsh(\alpha x)$

Les conditions aux limites sont :

$$\tau_i = 0 \quad \text{en} \quad x = -L$$

et $F = \int_{x=-L}^{x=0} 2\pi r \tau_i(x) dx$ elles permettent de déterminer les constantes d'intégration C et D

et donc l'expression finale de τ_i à savoir :

$$\begin{aligned} C &= D th(\alpha L) \\ D &= \frac{-\alpha F ch(\alpha L)}{2\pi r (ch(\alpha L) - 1)} \quad \text{d'où} \\ \tau_i(x) &= \frac{-\alpha F}{2\pi r (ch(\alpha L) - 1)} sh[\alpha(x + L)] \end{aligned} \quad (\text{IV.42})$$

Les formules (IV.34), (IV.35) permettent de déduire l'expression des contraintes σ_f et σ_m en tenant compte des conditions aux limites déjà citées.

$$\sigma_f = \frac{F[ch(\alpha(x+L))-1]}{\pi r^2[ch(\alpha L)-1]} \quad (IV.43)$$

$$\sigma_m = \frac{-F[ch(\alpha(x+L))-1]}{\pi(R^2 - r^2)[ch(\alpha L)-1]} \quad (IV.44)$$

Remarque : Quand R est grand devant r ce qui est généralement le cas des essais de pull out, le terme α^2 se simplifie en :

$$\alpha^2 = \frac{2G_m}{r^2 E_f \ln\left(\frac{R}{r}\right)}$$

On retrouve le coefficient α initialement introduit par GRESZCZUK (1969)

$$\text{L'expression de } \tau_i = \frac{F_d}{2\pi r L} \frac{\alpha L}{th(\alpha L)}$$

IV.5.4.5 Présentation du programme de calcul

Pour notre simulation nous avons choisi le logiciel de calcul Matlab pour sa simplicité de programmation ainsi que pour son langage qui peut être compris par tous les lecteurs qui s'intéresseront à ce type de programme.

Ce dernier est un logiciel commercial de calcul interactif, il permet de réaliser des simulations numériques basées sur des algorithmes d'analyse numérique. Il peut donc être utilisé pour la résolution approchée des problèmes comme des équations différentielles, d'équations aux dérivées partielles ou des systèmes linéaires, etc....

L'intérêt de Matlab tient d'une part, à sa simplicité d'utilisation et d'autre part à sa richesse fonctionnelle. Pour ces programmes ils peuvent être modifiés tout en apportant des précisions de calcul des problèmes à résoudre, il a donc une architecture modulable et extensible.

Pour notre simulation nous avons utilisé le logiciel de calcul Matlab. La résolution numérique des équations IV.42, IV.43 et IV.44 nous avons choisi dans notre programme de calcul une matrice époxyde de diamètre $2R=30\mu\text{m}$ ($E_m= 4,5 \text{ GPa}$, $G_m=1,6 \text{ GPa}$) et deux types de fibres verre E ($r=4\mu\text{m}$, $E_f = 73 \text{ GPa}$) et carbone HT ($r=3,5\mu\text{m}$, $E_f = 230 \text{ GPa}$). Nous avons varié la longueur d'enclassement de $45 \mu\text{m}$ à $400 \mu\text{m}$ et la charge appliquée de $0,05\text{N}$ à $0,09\text{N}$ pour le test de la goutte considéré ; nous avons calculé les contraintes dans la fibre, la matrice et la contrainte de cisaillement à l'interface. Les résultats des simulations obtenues sont présentés dans les courbes suivantes. Comme nous avons présenté l'organigramme des étapes du programme de calcul pour le test de la goutte.

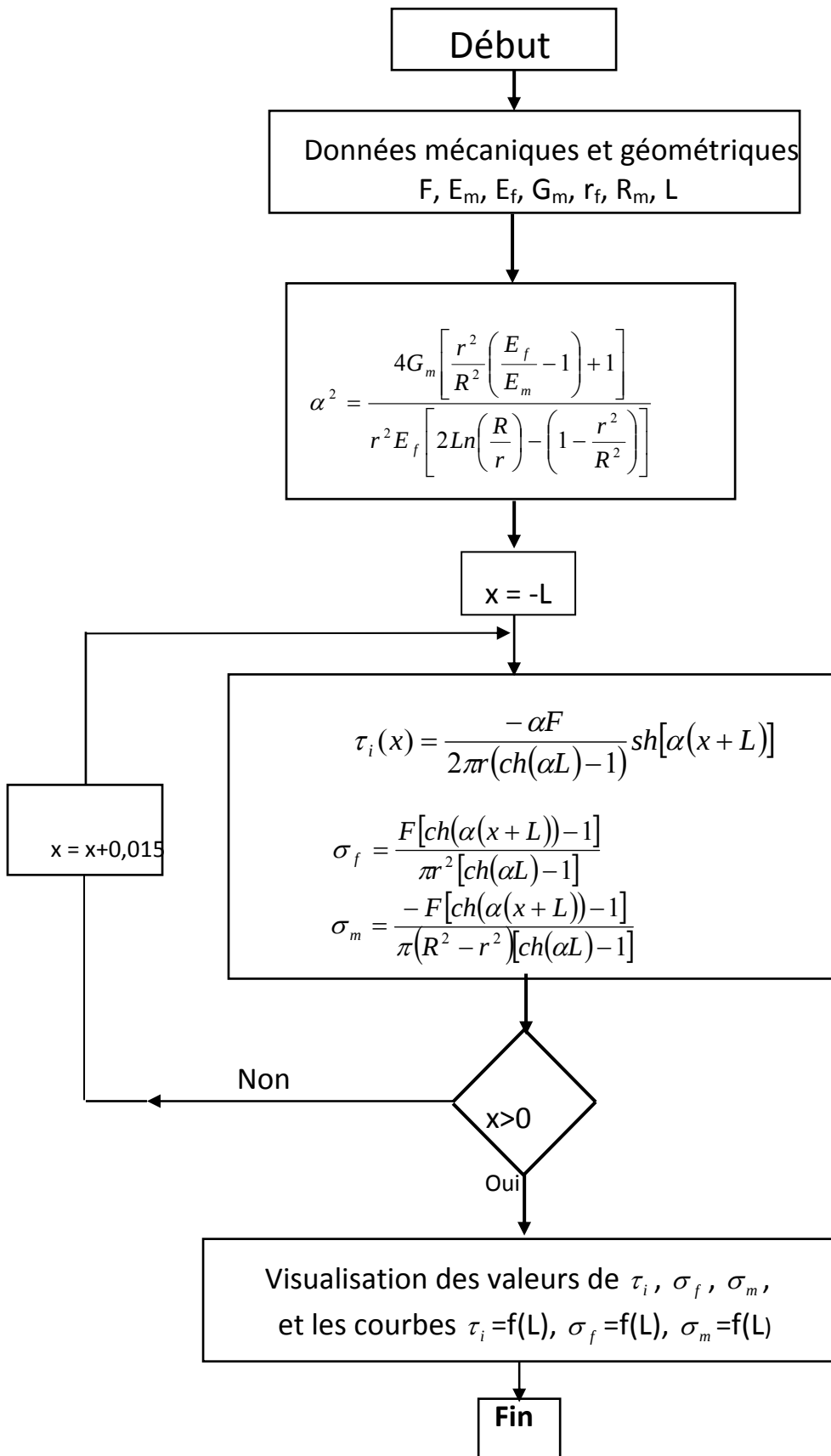
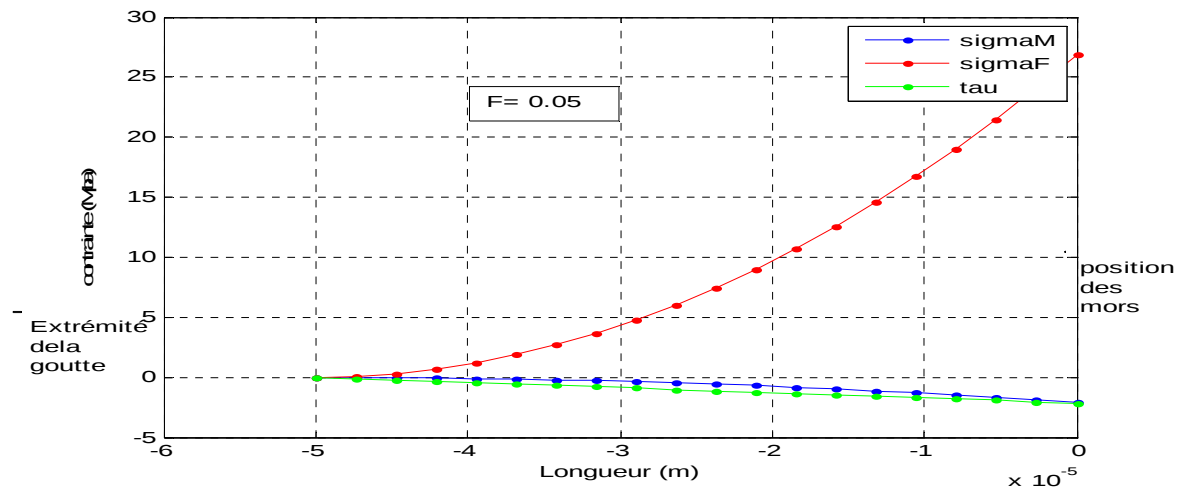
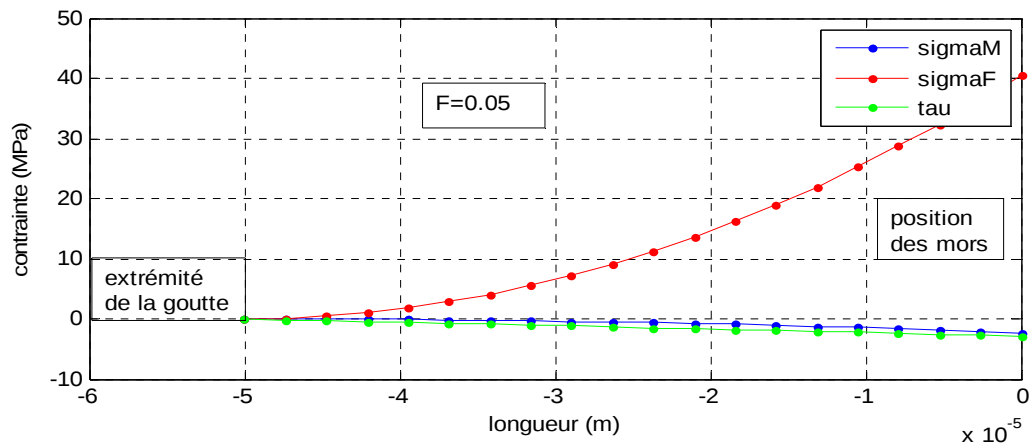


Figure IV.42 : Organigramme de programme de calcul de test de la goutte

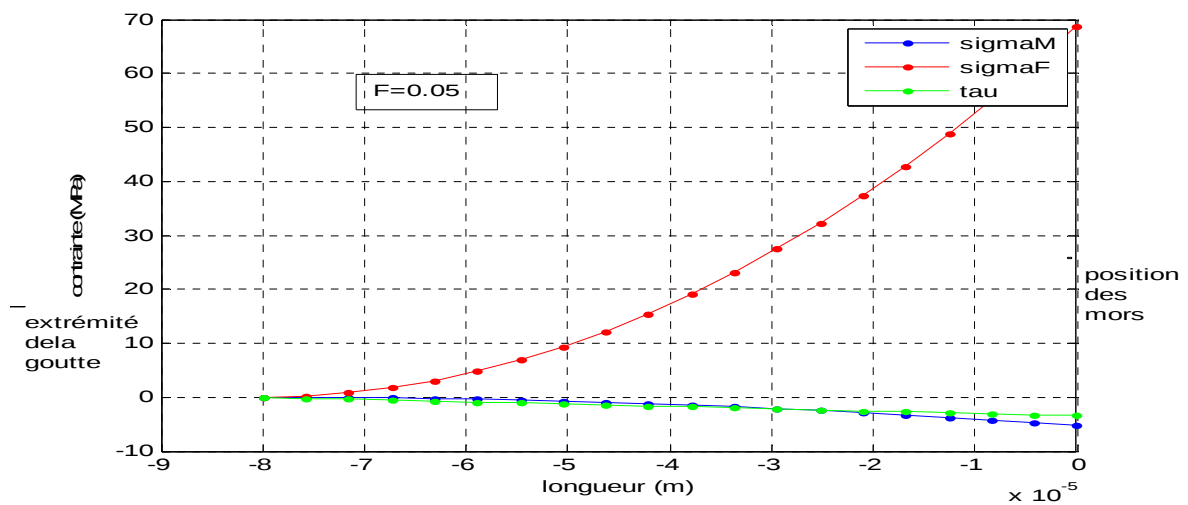
1. Résultats de la simulation numérique du test de la goutte



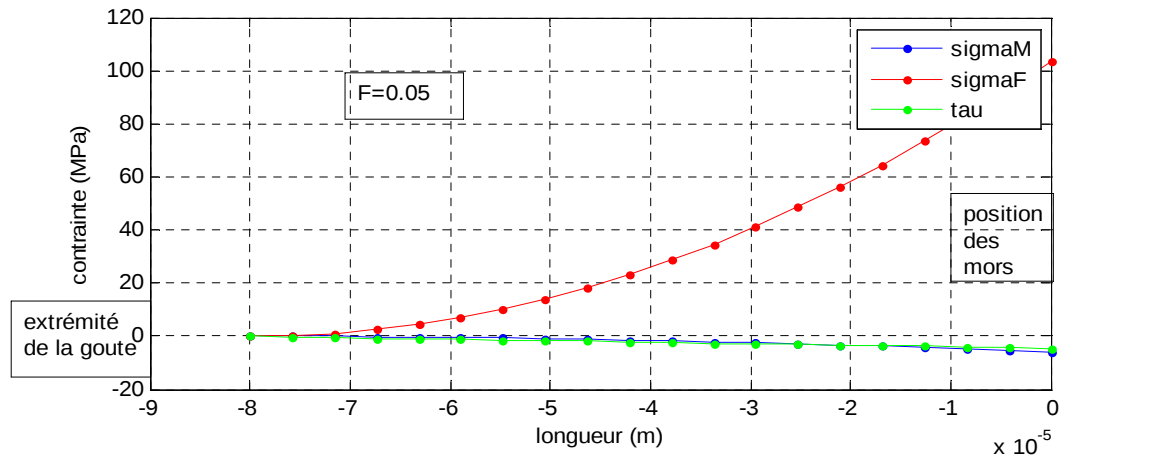
Essai de goutte pour la fibre de verre $F=0.05\text{N}$, $L=50 \mu\text{m}$



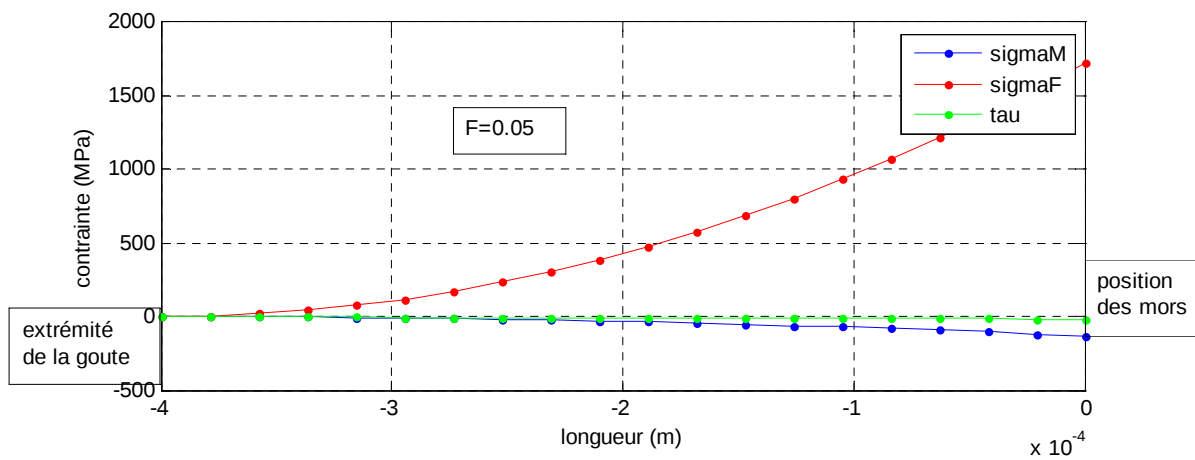
Essai de goutte pour la fibre de carbone $F=0.05\text{N}$, $L=50 \mu\text{m}$



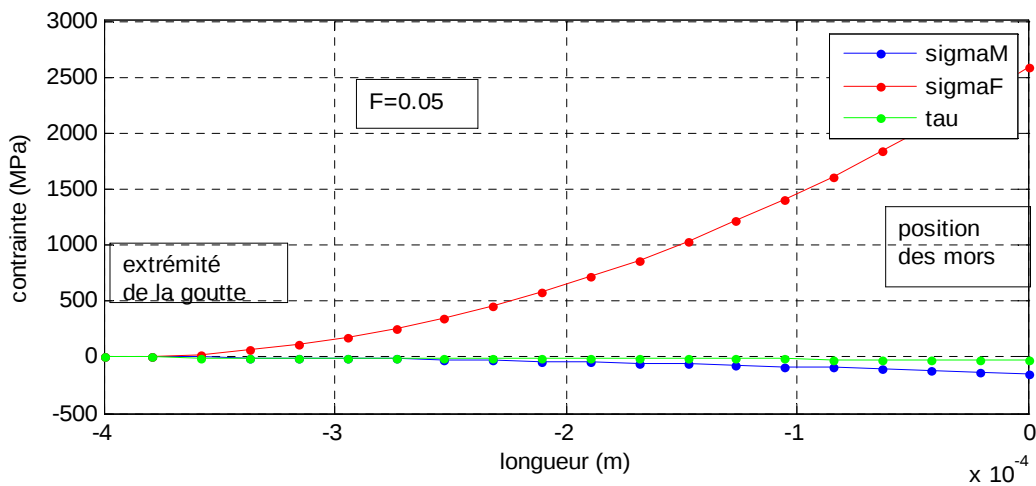
Essai de goutte pour la fibre de verre $F=0.05\text{N}$, $L=80 \mu\text{m}$



Essai de goutte pour la fibre de carbone F=0.05N, L=80 μm

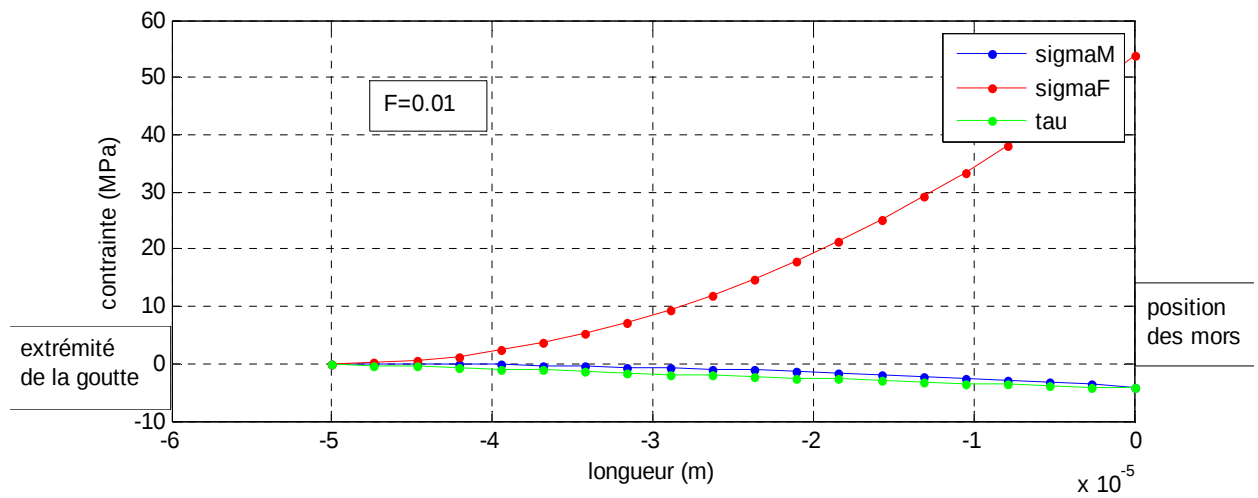


Essai de goutte pour la fibre de verre F=0.05N, L=400 μm

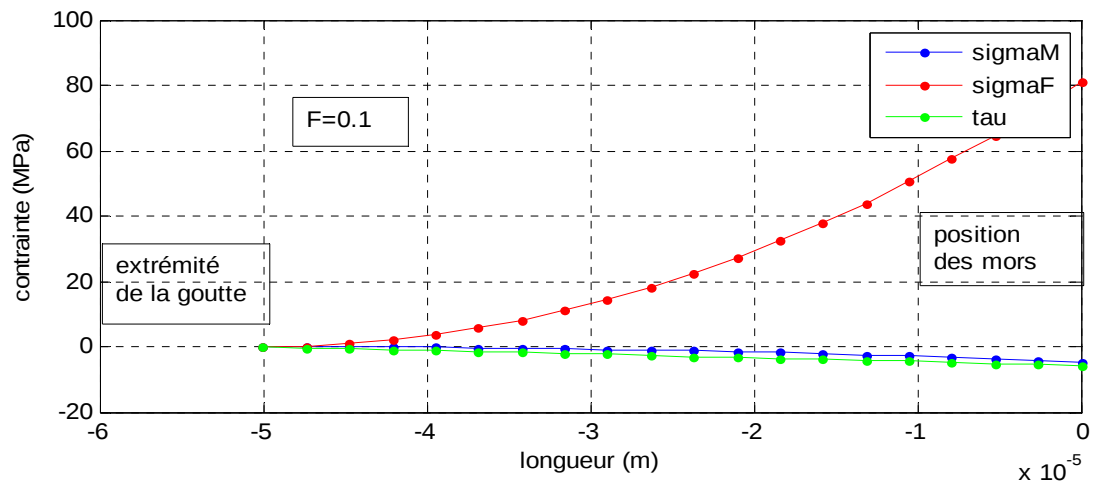


Essai de goutte pour la fibre de carbone F=0.05N, L=400 μm

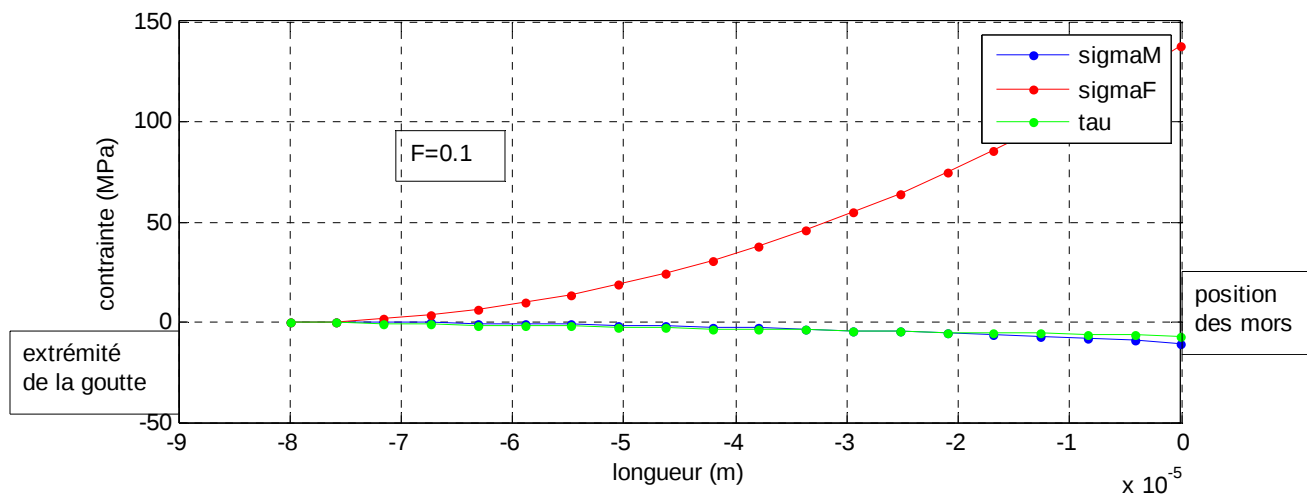
Figure IV.43: Evolution des contraintes $[\sigma_f, |\sigma_m|, |\tau_i|]$ en fonction de la longueur enchâssée pour une force appliquée de 0,05N (test de la goutte, couples époxy/carbone, époxy/verre).



Essai de goutte pour la fibre de verre $F=0.1\text{N}$, $L=50 \mu\text{m}$



Essai de goutte pour la fibre de carbone $F=0.1\text{N}$, $L=50 \mu\text{m}$



Essai de goutte pour la fibre de verre $F=0.1\text{N}$, $L=80 \mu\text{m}$

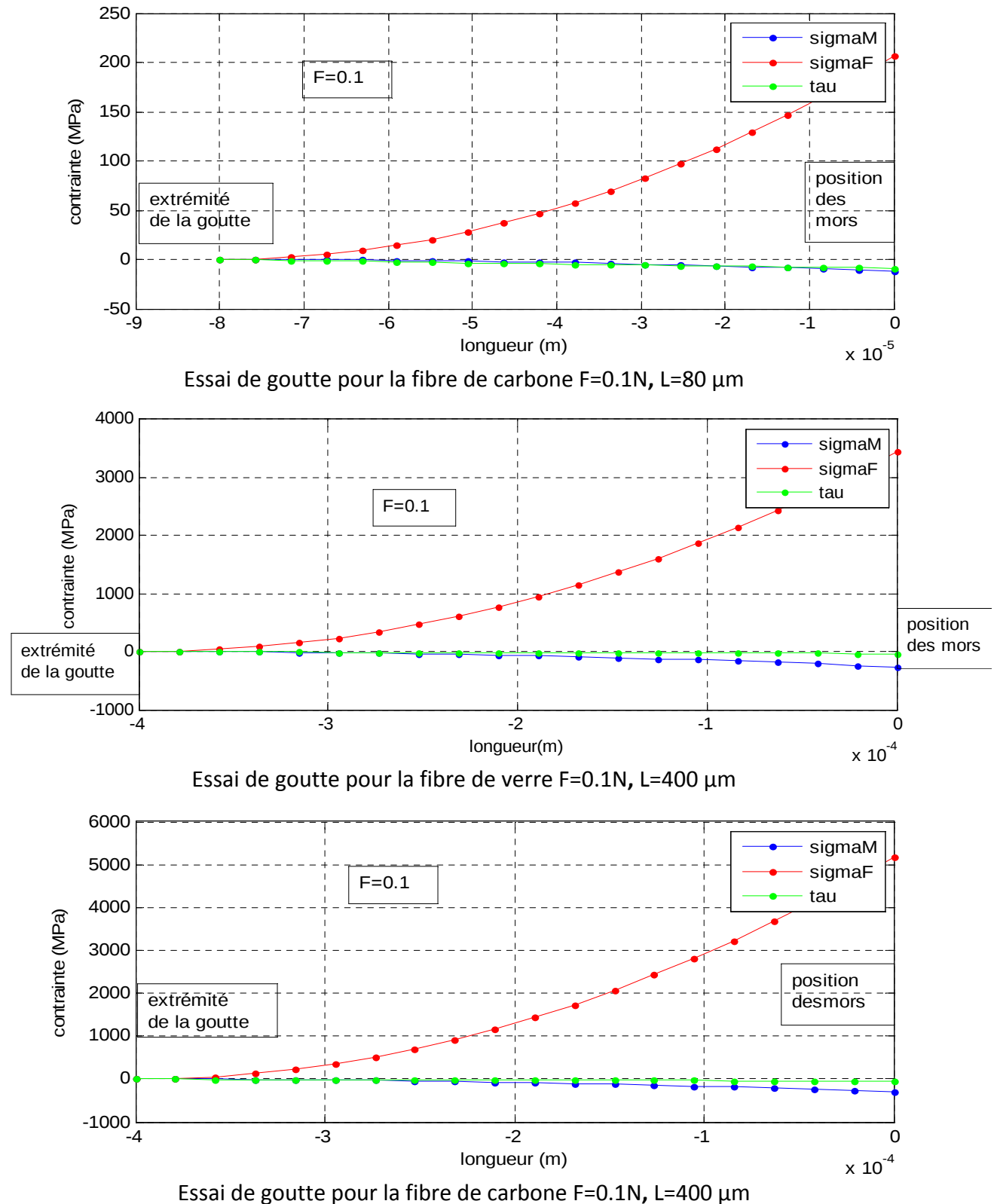


Figure IV.44: Evolution des contraintes $[\sigma_f, |\sigma_m|, |\tau_i|]$ en fonction de la longueur enchâssée pour une force appliquée de 0,01N (test de la goutte, couples époxy/carbone, époxy/verre).

2. Interprétation des résultats (essai de la goutte)

- La valeur de la contrainte σ_m de la matrice et de cisaillement de l'interface τ_i ainsi que la contrainte longitudinale de la fibre σ_f varie d'une manière croissante avec la longueur d'enchâssement jusqu'à ce qu'elles deviennent nulles. Nous avons présentés quelques résultats de l'essai de goutte pour différentes longueurs d'enchâssement L de $30\mu\text{m}$ à $400\mu\text{m}$ et une charge variable F de $0,05\text{ N}$ à $0,1\text{ N}$ pour les autres courbes sont presque similaires (voir l'annexe) et nous avons pu mettre en évidence :

- les valeurs élevées de τ_i obtenues pour les différents couples (carbone/époxy, verre/époxy) ne sont pas dues à une mauvaise évaluation de τ_i , ni même à une surévaluation numérique de la force appliquée. Plusieurs explications peuvent être évoquées : Il apparaît que la contrainte de cisaillement décroît rapidement dès qu'en s'éloigne de la fibre ; Ceci signifie alors que seule la zone interfaciale est soumise à de fortes contraintes. D'après les résultats obtenus nous constatons trois cas qui apparaissent :

Pour le 1^{er} cas lorsque $\tau_i > \sigma_m$ ce qui signifie, une forte adhésion du matériau testé. Les caractéristiques de l'interface sont supérieures à celles de la matrice et ce sont les propriétés de cette dernière qui limitent le comportement du composite. Dans ce cas on ne peut pas caractériser l'interface et ce cas n'est pas réel.

Pour le 2^{ème} cas $\tau_i \approx \sigma_m$, les valeurs de la longueur d'enchâssement varient de $60\mu\text{m}$ à $80\mu\text{m}$ les deux courbes montrent la contrainte à l'interface et la contrainte normale au niveau de la matrice sont proches. Les deux courbes d'évolution de  et  se superposent. Dans ce cas le comportement de l'interface suit celui de la matrice.

- Pour le 3^{ème} cas $\tau_i < \sigma_m$, les longueurs d'enchâssement varient de $110\mu\text{m}$ à $400\mu\text{m}$ les valeurs de σ_m obtenues pour la matrice sont plus grandes que celles de l'interface. Les caractéristiques de l'interface sont inférieures à celles de la matrice et constituent donc le point faible, à l'origine de la rupture ; c'est le cas que nous prendrons en considération dans l'essai parce qu'il représente la réalité.

- Le profil des contraintes τ_i , σ_f et σ_m est représenté par des courbes, pour le test de la goutte simulé en fonction de la longueur d'enchâssement de $30\mu\text{m}$ à $150\mu\text{m}$ et de diamètre de $30\mu\text{m}$ nous constatons qu'il peut avoir un défibrage (déchaussement de la fibre de sa gaine de matrice). Par contre pour des valeurs des longueurs d'enchâssement qui varient de $150\mu\text{m}$ à $400\mu\text{m}$ provoquant la rupture de la fibre avant d'obtenir le déchaussement.

Nous pouvons prétendre à la détermination des valeurs de résistance interfaciale, vu les valeurs de τ_i obtenues : jusqu'à 45 MPa . Ces valeurs sont en effet inférieures à la résistance en cisaillement d'une époxy ($\tau = 80\text{ MPa}$) ; si elles représentaient réellement la résistance interfaciale, une rupture interfaciale pourrait survenir.

Cependant, nous pouvons nous demander si la valeur de τ , déterminée par un essai mécanique macroscopique sur résine pure, correspond vraiment à la résistance à rupture intrinsèque locale du matériau.

Dans une éprouvette massive, la rupture finale intervient généralement par la propagation d'une fissure amorcée sur un défaut. Or, au voisinage de ce défaut, la contrainte locale, conduisant à la rupture du matériau, est bien plus élevée que la contrainte nominale mesurée.

Par exemple en pratique on trouve la contrainte de cisaillement interfaciale pour une stratification verre/polyester (18 plis de verre type taffetas) égale à 25 MPa en flexion trois Points [41], cette valeur correspond à la contrainte de cisaillement interfaciale pour l'interface interplis (mode de rupture de matériau c'est le délaminage figure IV.45).



Figure IV.49: délaminage de matériau verre/polyester

Conclusion

Chacun de ces essais micromécaniques développés jusqu'à présent, a gardé une part de simplicité et des particularités spécifiques; tels que le type de sollicitation, les dimensions, la nature des éprouvettes et les conditions aux limites des sollicitations. Ces tests permettent une étude qualitative de l'interface.

En se basant sur ce test, L'interface résistera pour des valeurs inférieures à la résistance interfaciale calculée mais la réalité montre que cette interface s'endommage à des valeurs très inférieure à ces valeurs, donc d'autres paramètres peuvent intervenir dans le cas des produits finis. Alors une étude expérimentale est nécessaire pour valider les résultats des modèles analytiques.

Conclusion générale

Au cours de ces dernières années, de nombreuses études et des recherches avancées ont été effectuées sur les matériaux composites et leurs caractérisation qui reste un domaine vaste et complexe du fait d'une part, de l'anisotropie de ce matériau et d'autre part de la méconnaissance de la nature de l'interface qui est un paramètre qui joue un rôle déterminant sur les performances du composites. Cependant, les composites monofilamentaires représentent un support matériel très efficace pour l'étude de cette interface. Des précautions particulières sont, de ce fait, prises en compte pendant le choix de la combinaison fibre-matrice et des moyens de leurs mise en œuvre, pour mieux les adapter à ce genre d'étude et, notamment, pour mettre la translation future aux cas des composites de structure.

La problématique de l'étude de la zone interfaciale et d'endommagement a amené les chercheurs à utiliser des composites modèles pour étudier ces mécanismes sous une échelle plus réduite. La détermination des propriétés interfaciales a impliqué des essais micromécaniques qui ont été effectués en utilisant plusieurs techniques. Il n'existe pas actuellement de technique spécifique pour caractériser l'interface fibre/matrice aussi bien en ce qui concerne l'adhésion physico-chimique que l'adhésion mécanique. Pour la mesure de l'énergie interfaciale, trois méthodes intéressantes ont été développées sur filament unitaire : La fragmentation, la micro indentation et le déchaussement (Pull-out).

La caractérisation micromécanique de l'interface entreprise par l'intermédiaire du test de la goutte a mis en évidence deux aspects fondamentaux propres à ce type d'essai, le premier est le caractère délicat de l'expérimentation, et le second est la complexité de la modélisation mécanique.

Afin d'optimiser un couple fibre/matrice donné, des techniques micromécaniques ont été mises au point pour permettre une prise en compte de la contribution interfaciale plus directe que dans le cas des essais mécanique classiques. En réalité, le problème demeure ardu car, outre les difficultés expérimentales qu'ils posent, les tests micromécaniques sont beaucoup plus complexes à modéliser qu'on ne l'imaginait au départ, au travers des formules de Kelly-Tyson par exemple. A l'heure actuelle, l'ensemble de ces techniques couplées à des modélisations adaptées permet une bonne évaluation relative des caractéristiques interfaciales (ténacité ou résistance) de composites à matrice organique.

De ce fait, une étude plus fine des propriétés de l'interface est apparue indispensable. Nous avons donc sélectionné un test micromécanique qui est le test de la goutte, qui permet une caractérisation sur composites modèles monofilamentaires, bien adapté aux systèmes de forte adhésion. Pour cela, nous avons développé une modélisation spécifique à la fois au comportement de notre système et à la géométrie précise du test.

Il est vrai que plusieurs paramètres ne sont pas pris en considération dans le cas des éprouvettes modèles, mais ces techniques permettent de déterminer la qualité de l'interface et reste un moyen économique avant de passer à la réalisation des produits finis.

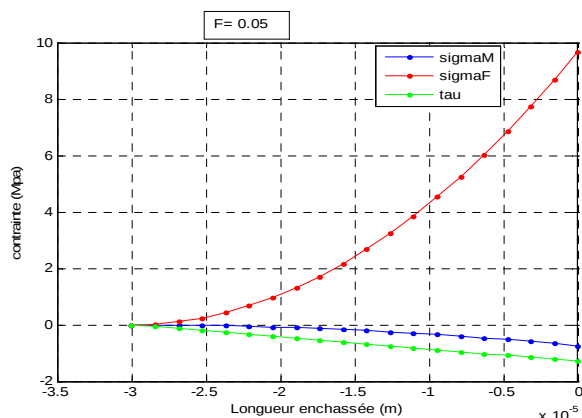
Pour poursuivre cette étude il sera intéressant de réaliser des montages spécifiques pour confirmer les résultats trouvés. Ceci permettra d'approfondir l'analyse de l'effet des paramètres influent sur ces essais en intégrant notamment la cinétique du glissement. Des traitements thermiques peuvent également être réalisés sur les minicomposites afin de faire varier les caractéristiques interfaciales.

L'étude de ce test sur filament peut être complétée par une analyse par éléments finis et par une analyse micromécanique des résultats expérimentaux intégrant un cisaillement interfacial non constant.

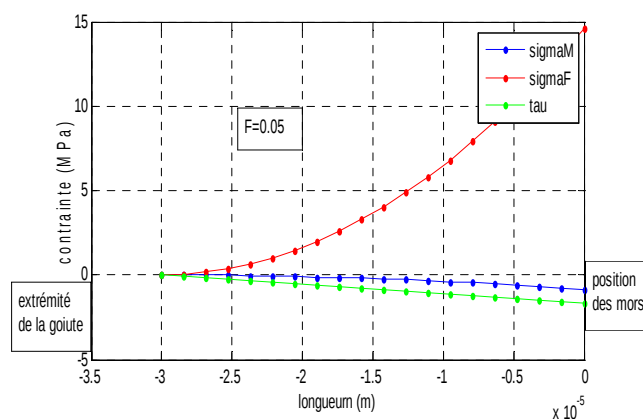
Annexe

Essai de goutte

Résultats de la simulation de test de la goutte des deux couples de matériaux (époxy/verre, époxy/carbone) pour les différentes longueurs d'enchâssement (L) qui variée de 30 μ m à 400 μ m et une force appliquée (F) qui variée de 0,05 N à 0,1 N.

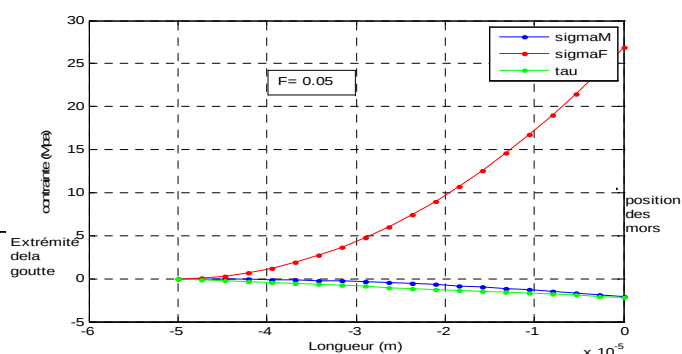


(a)

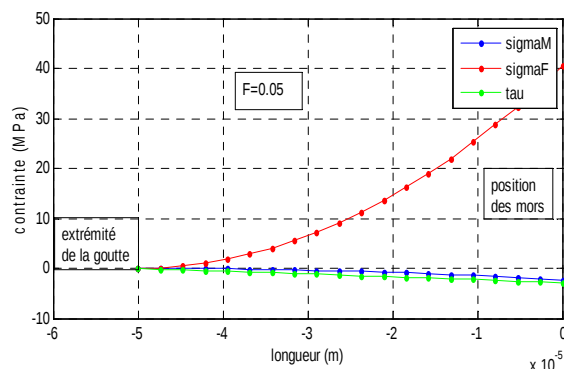


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=30 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

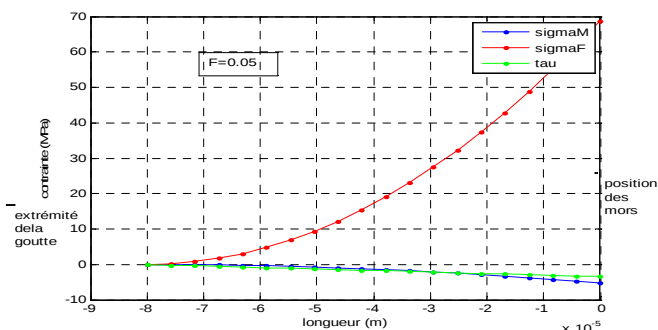


(a)

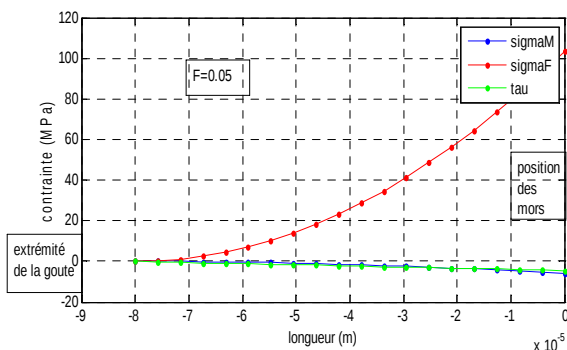


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=50 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

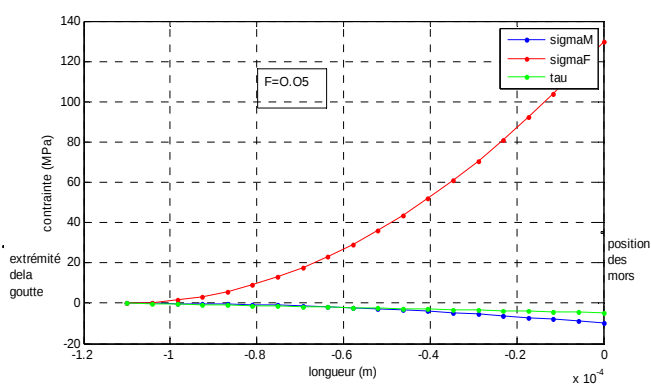


(a)

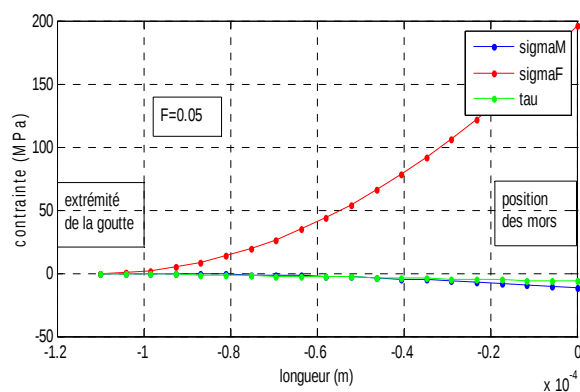


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=80 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

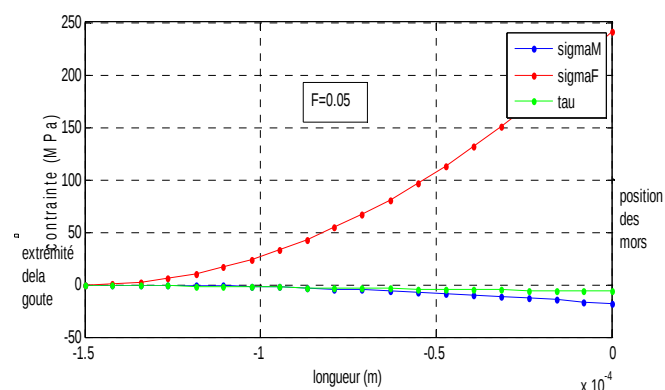


(a)

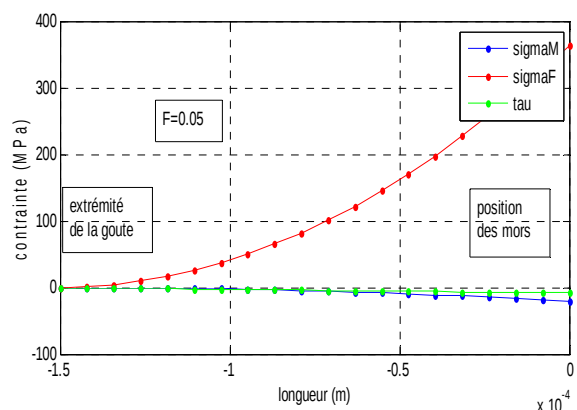


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=110 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

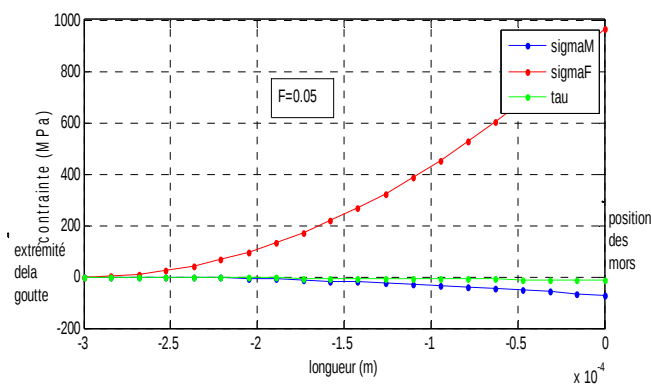


(a)

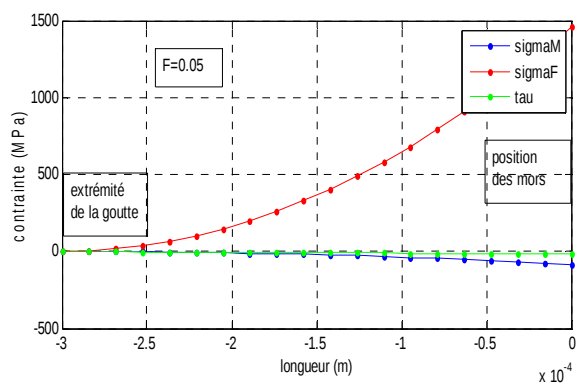


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=150 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

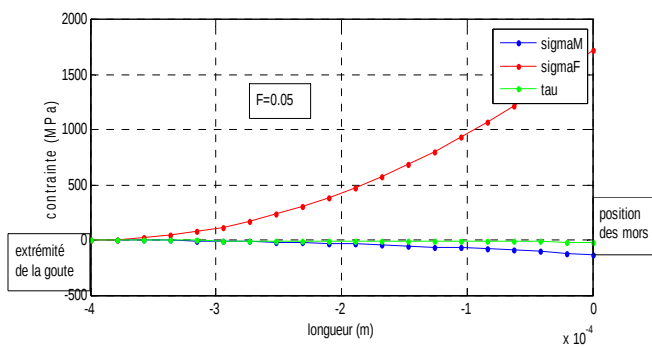


(a)

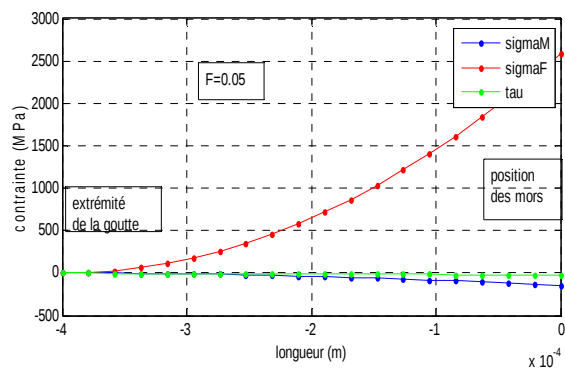


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=300 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

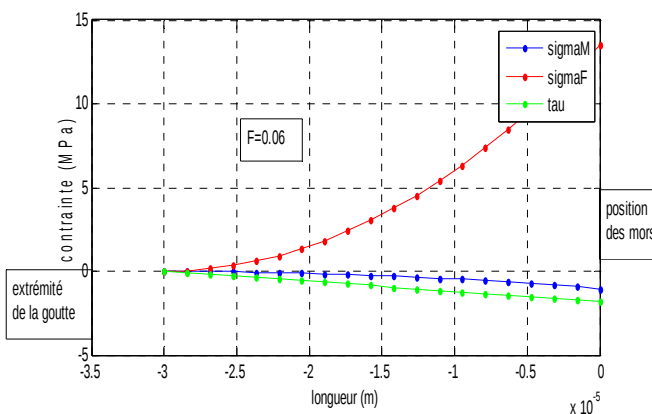


(a)

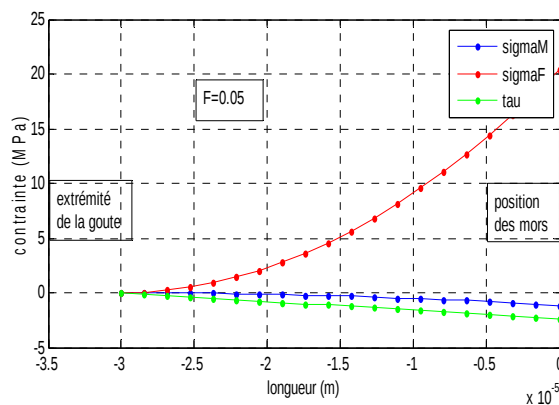


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.05\text{N}$, $L=400 \times 10^{-6}\text{ m}$

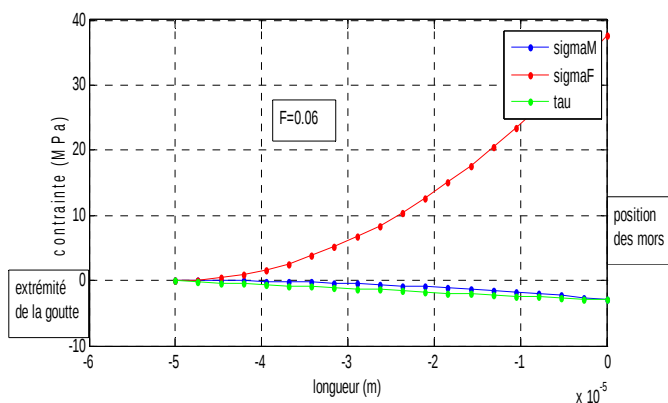


(a)

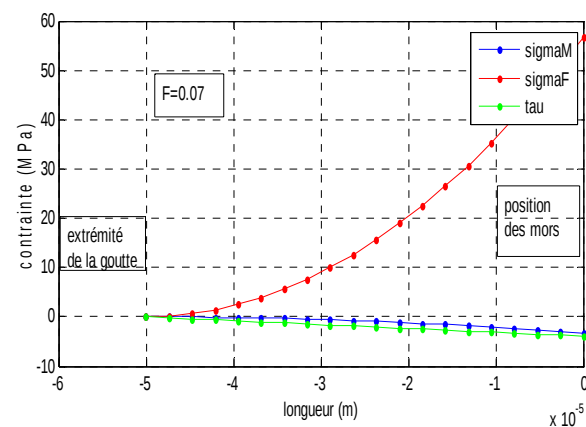


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=30 \times 10^{-6}\text{ m}$

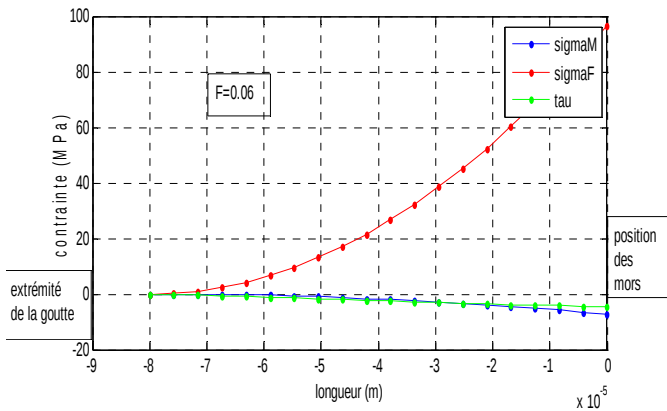


(a)

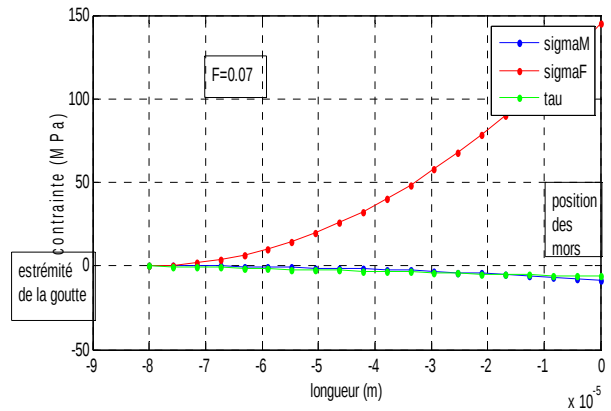


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=50 \times 10^{-6}\text{ m}$

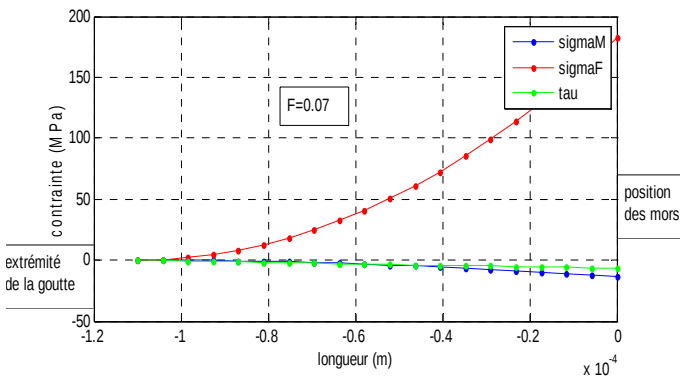


(a)

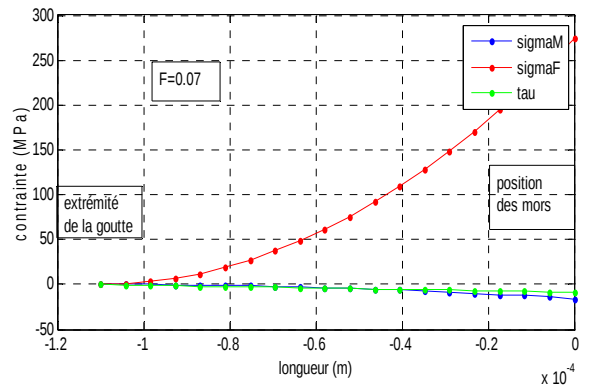


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=80 \times 10^{-6}\text{ m}$

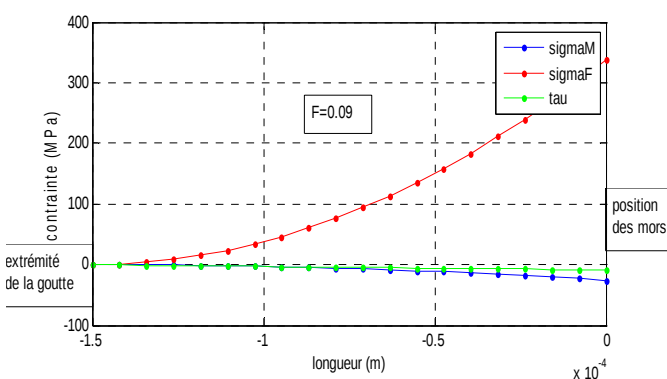


(a)

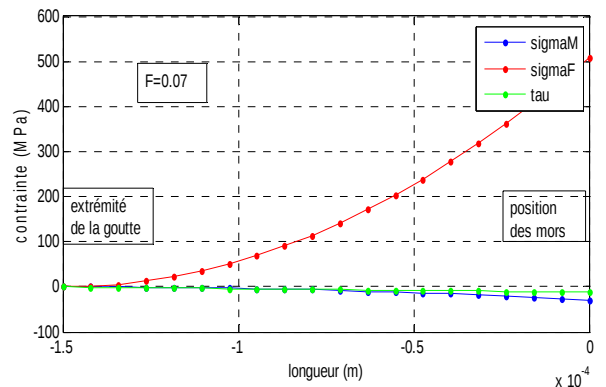


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=110 \times 10^{-6}\text{ m}$

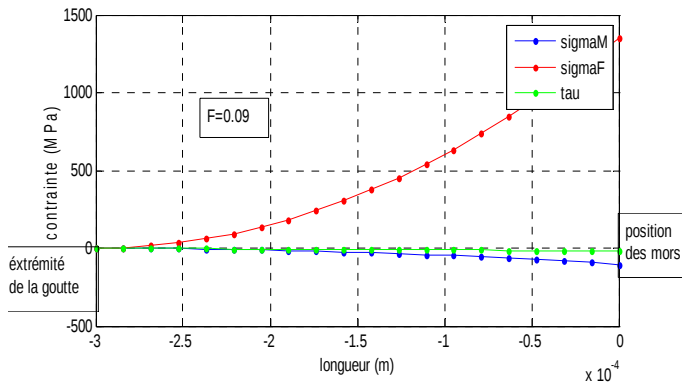


(a)

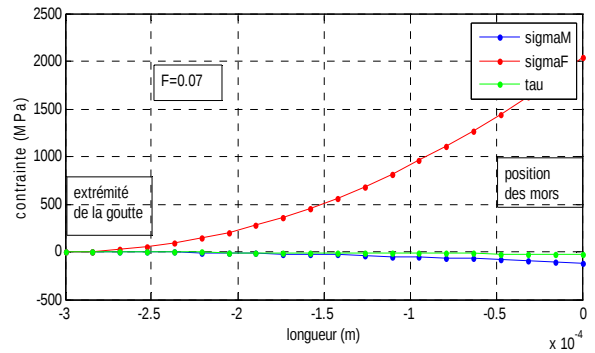


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=150 \times 10^{-6}\text{ m}$

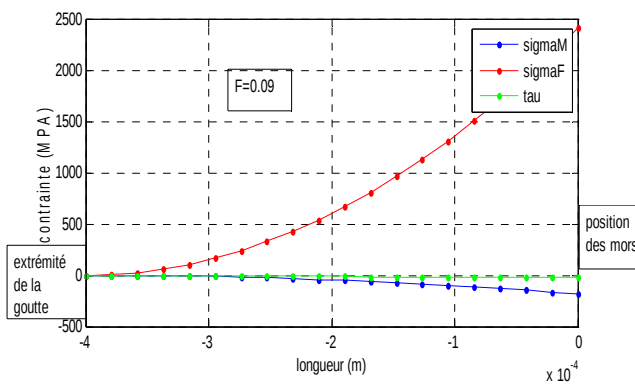


(a)

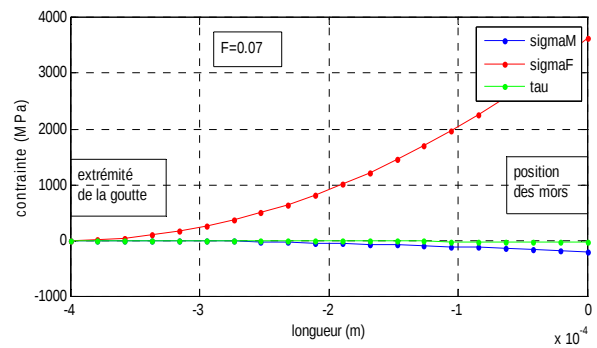


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=300 \times 10^{-6}\text{ m}$

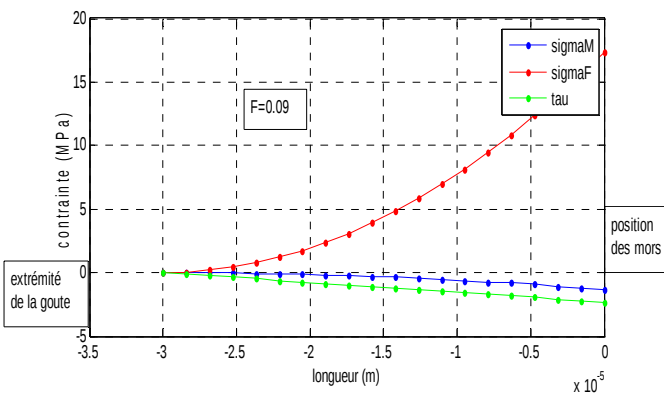


(a)

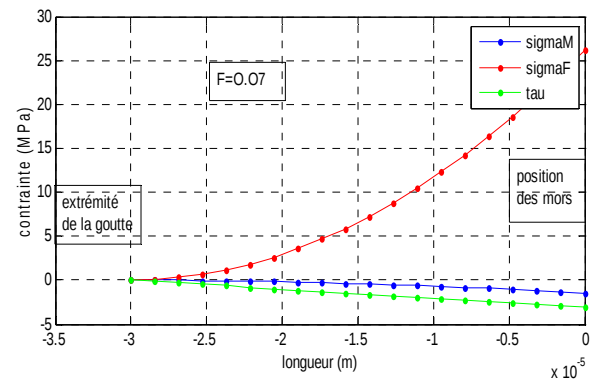


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.07\text{N}$, $L=400 \times 10^{-6}\text{ m}$

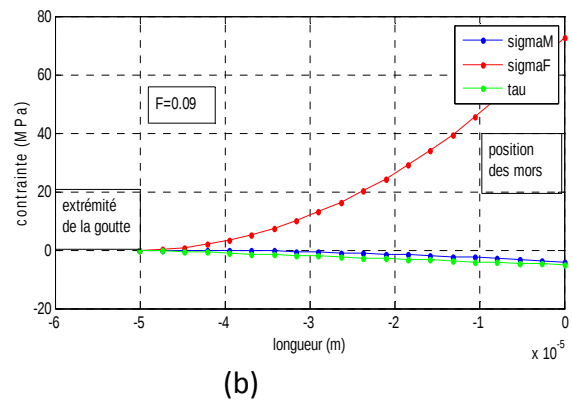
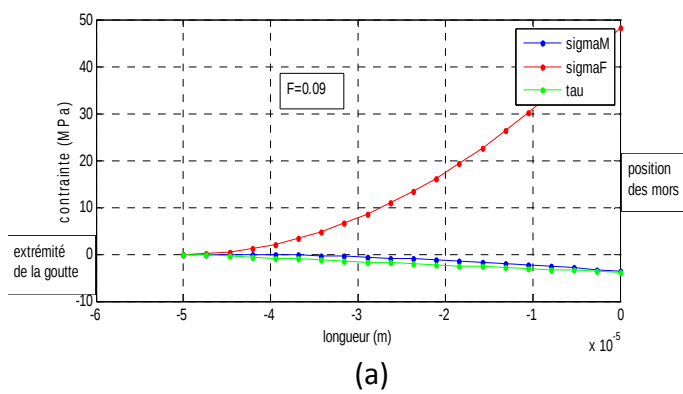


(a)

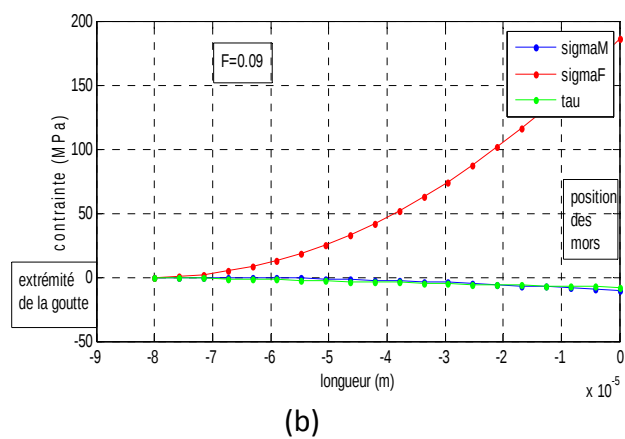
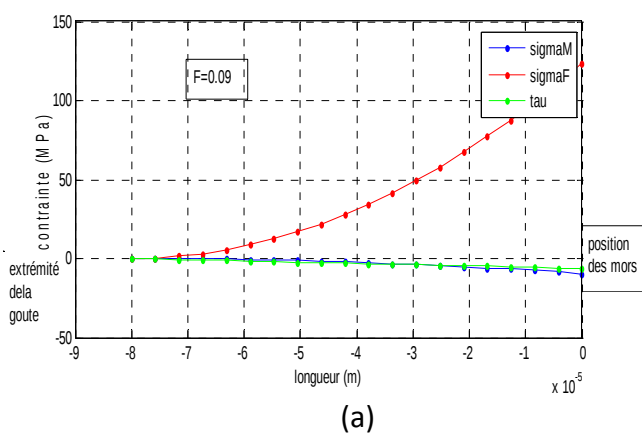


(b)

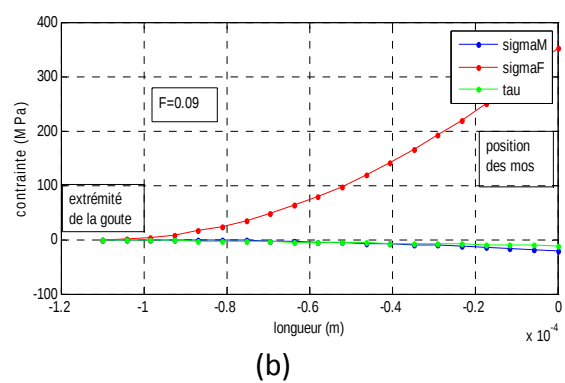
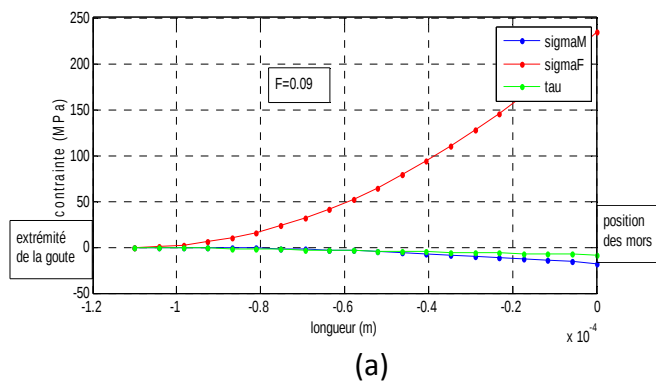
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=30 \times 10^{-6}\text{ m}$



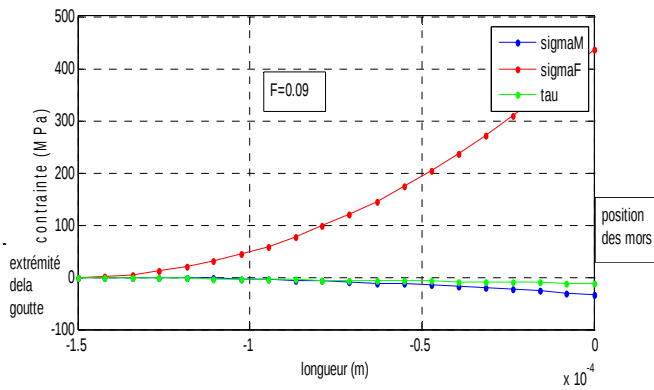
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=50 \cdot 10^{-6}\text{ m}$



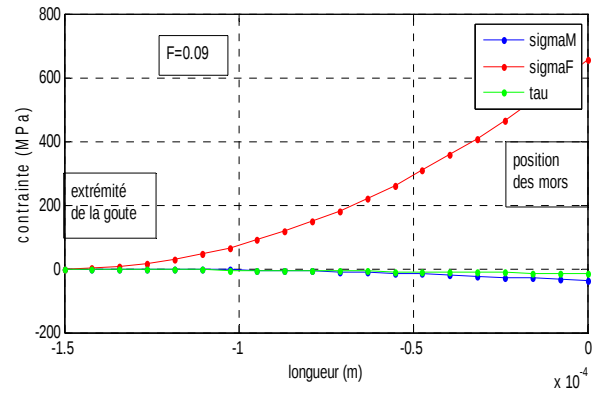
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=80 \cdot 10^{-6}\text{ m}$



Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=110 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

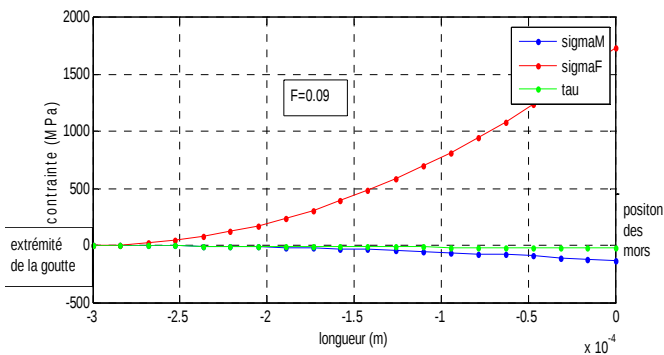


(a)

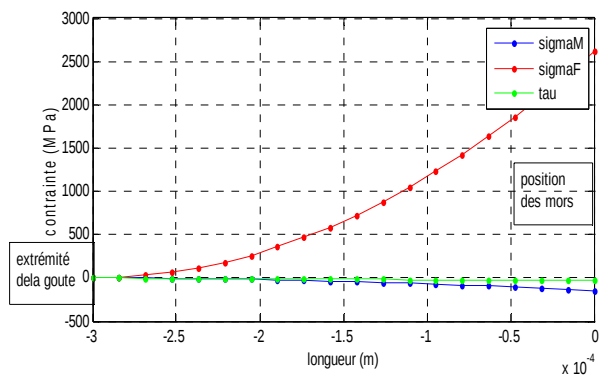


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=150 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

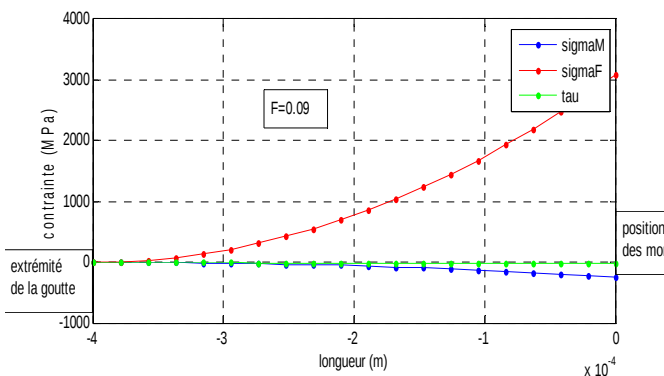


(a)

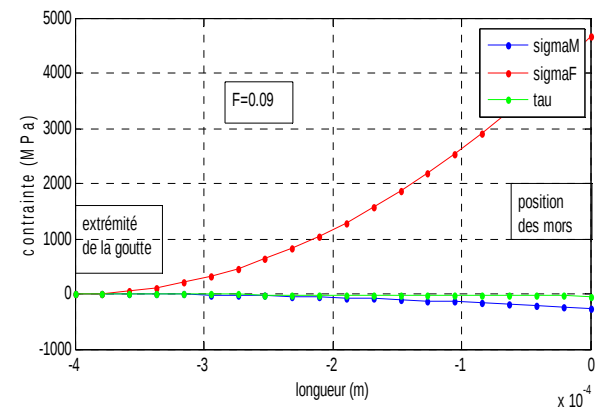


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=300 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

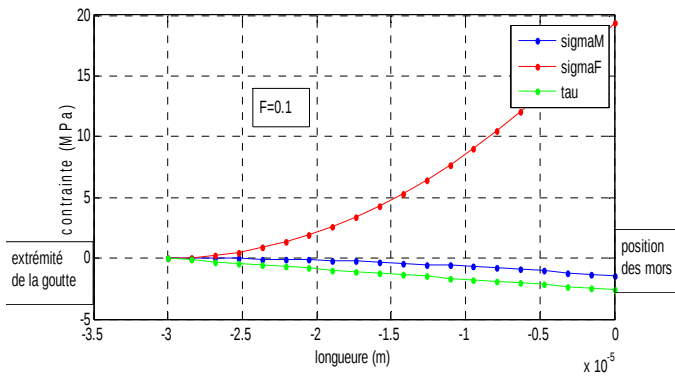


(a)

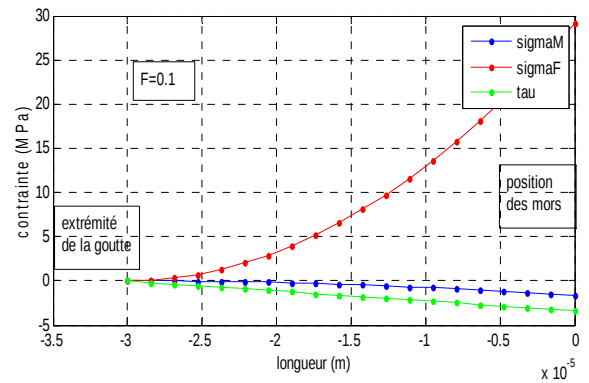


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.09\text{N}$, $L=400 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

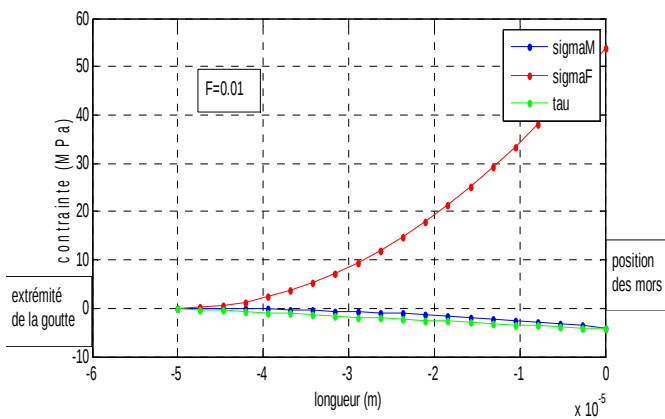


(a)

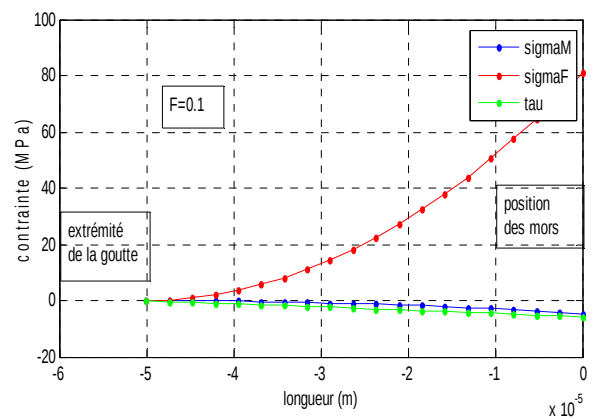


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1\text{N}$, $L=30 \cdot 10^{-6}\text{m}$

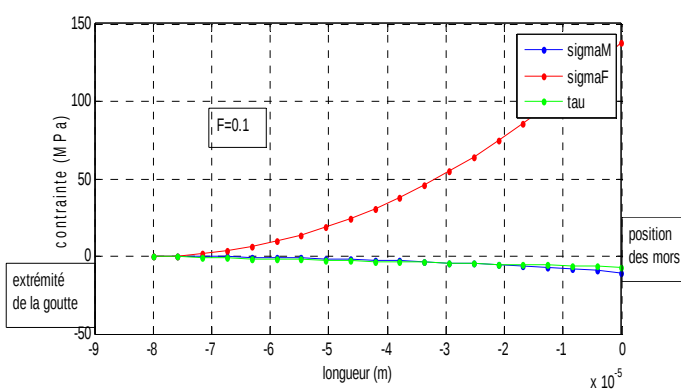


(a)

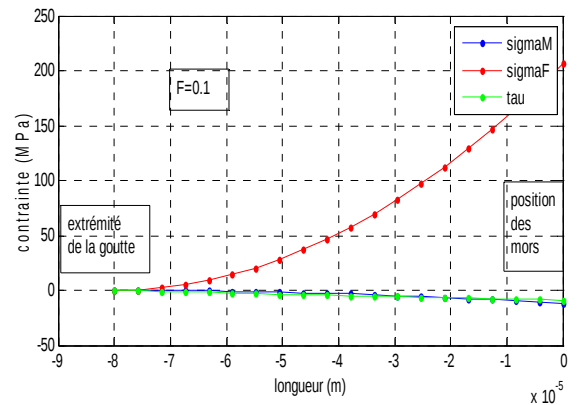


(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1\text{N}$, $L=50 \cdot 10^{-6}\text{m}$

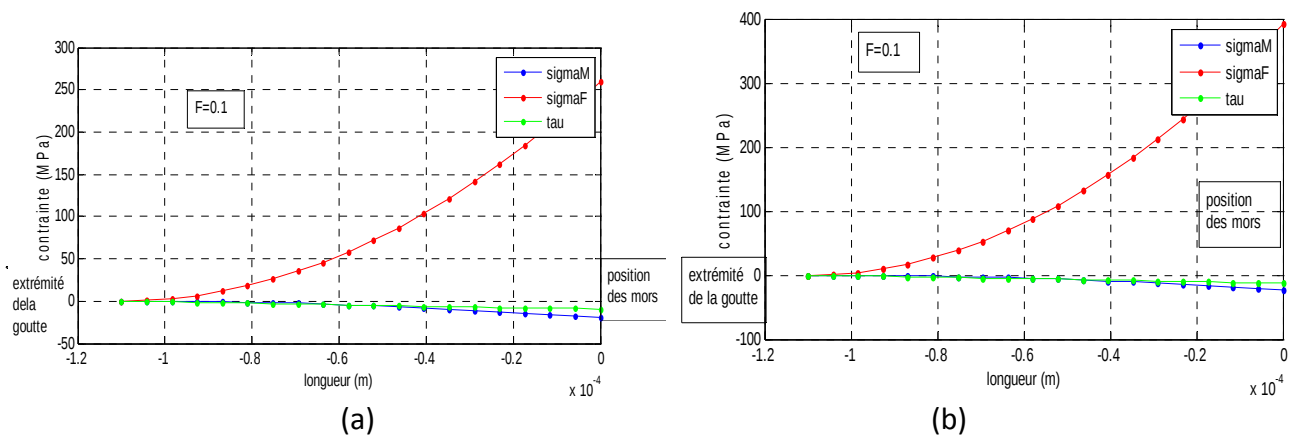


(a)

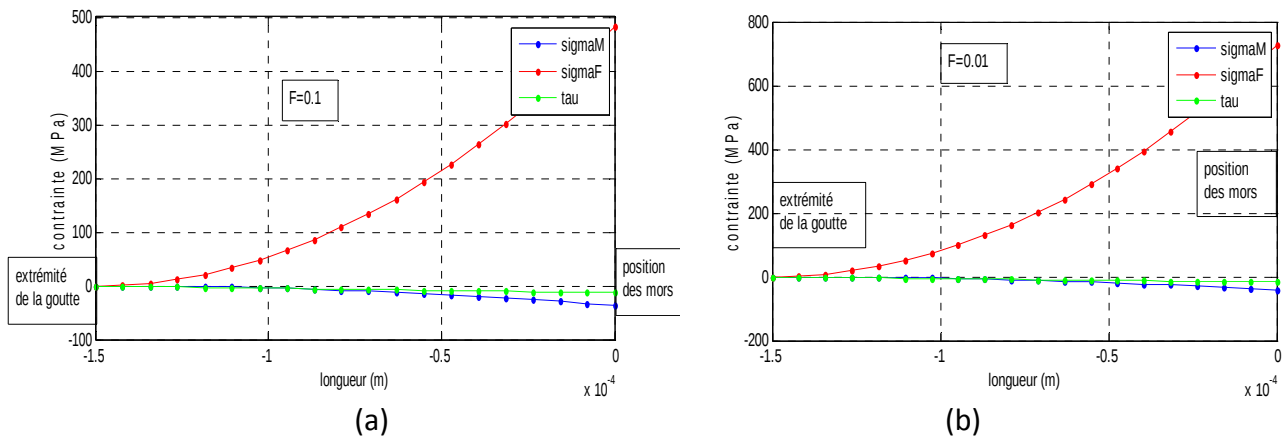


(b)

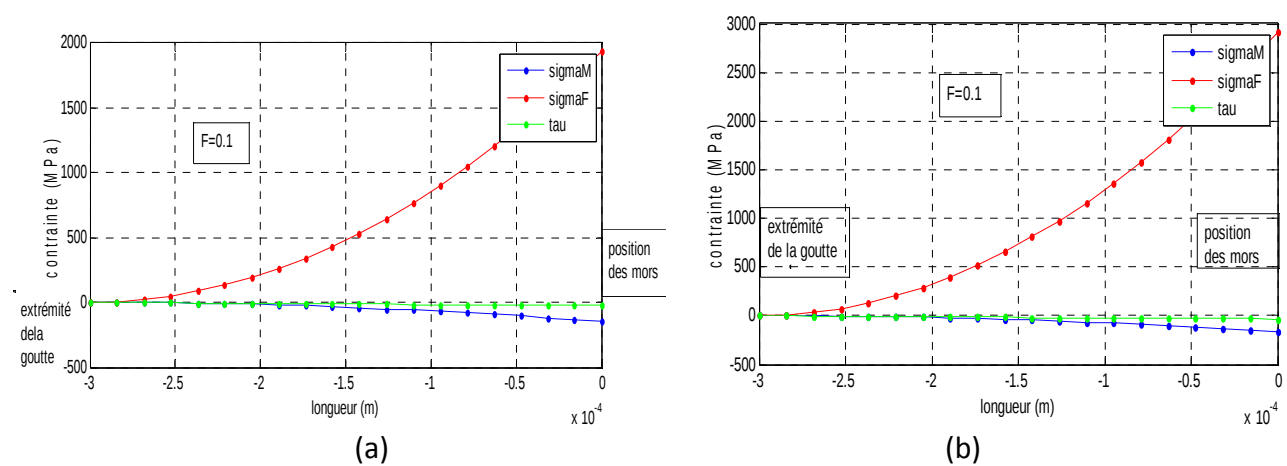
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1\text{N}$, $L=80 \cdot 10^{-6}\text{m}$



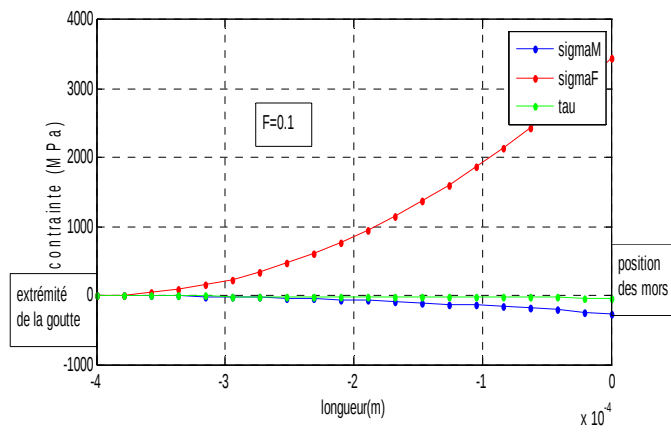
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1N$, $L=110 \cdot 10^{-6} m$



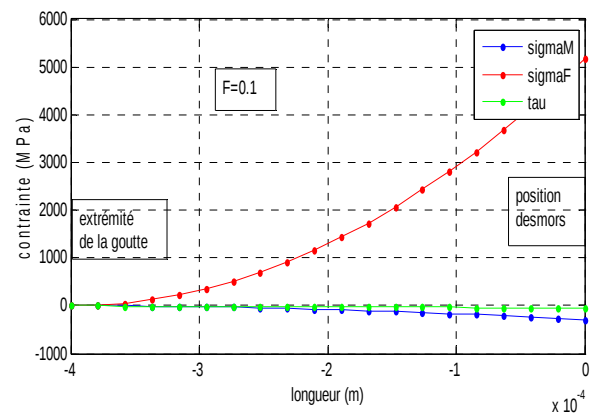
Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1N$, $L=150 \cdot 10^{-6} m$



Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1N$, $L=300 \cdot 10^{-6} m$



(a)



(b)

Essai de goutte pour la fibre de verre (a) et de carbone (b) $F=0.1\text{N}$, $L=400 \cdot 10^{-6}\text{ m}$

Références bibliographique

[1] M. GEIER, D. DUEDAL

Guide de pratique des matériaux composites. TEC & DOC (Lavoisier) Paris 1985.

[2] Nadia BAHLOULI

Cours matériaux composites/DESS mécanique avancé et stratégie industriel

[3] Jean-Marie BERTHLOT

Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures
4^{ème} édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.

[4] TIKELALE Fatiha

Etude micromécanique des interfaces dans les composite a matrice organique : cas des éprouvettes modèles. Mémoire de magister , U.M.M.T.O (2010)

[5] Stephane VACHER

Capteur fibre optique pour le controle de l'élaboration et la caractérisation mécanique des matériaux composites (thèse)

[6] Pierre JACQUINET

Utilisation des matériaux composite Edition HERMES, Paris1991.

[7] Jean-Paul BAILON ET J.M. DORLOT

Des matériaux 3^{ème} édition, école polytechnique de Montréal, 2000.

[8] M. DJELIL

Caractérisation mécanique et physicochimique de matériaux composites à matrice organique dans les prothèses. Mémoire de magister, U.M.M.T.O (2006).

[9] DANIEL GAY

Matériaux composite 3^{ème} Edition revue et augmentée, HERMES 1991.

[10] Claude Bathias et Coll

Matériaux composites. Dunod, Paris 2005.

[11] Marie-Barbara HEMAN

Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygro-thermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcés de fibres de verre.
Thèse doctorat, l'université du sud Toulon-Var (2008).

[12] Jean-Paul Favre

Interfaces dans les composites fibreux. Techniques de l'ingénieur, traité plastiques et composites.

[13] BORHANE Kechou

Corrélation entre propriétés diélectriques et mécaniques de composites à matrice époxyde renforcée par des fibre de Verre E, Thèse de doctorat 2003, école centrale de LYON.

[14] Abir AL-MAGHRIBI

Comportement des matériaux composite a fibres courte : application a l'impacte basse vitesse. Docteur de l'université paul sabatier Soutenue le 26 Septembre 2008.

[15] BAHTANI Amar

Identification de défauts dans les structures en matériaux composites. Thèse magistère soutenu le 02/12/2006

[16] BIKERMAN (J.J.)

The science of adhesive joints 2^{eme} édition, 258 p., Academic Press, Inc., New York & London (1968).

[17] IBRAHIM Mohamed Haisam

Elaboration des matériaux composites modèles unifilamentaire à fibres longues et matrice silice sol-gel et caractérisation micromécaniques de l'interface. Thèse de doctorat, Ecole

Doctorale Matériaux de Lyon (2006).

[18] J.Bveyret, J.Plunkett et E. Bulloch

Interface dans les composites fibreux 1997 C/Cl₃N ET HI NICALON/Si₃N₄

[19] Hacène CHAROUALI

Rôle des interphases et de rugosité dans le comportement interfacial de composites monfilamentaires a matrice fragile. Thèse doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon (1998).

[20] ROKBI Mansour

Thèse magister 2001, comportement a la rupture et caractérisation mécanique des composite polyester-fibre de verre

[21] Antoine chateauminois

Transfert de charge et processus de renforcement. Mai 2000

[22] BORHANE Kechou

Corrélation entre propriétés diélectriques et mécaniques de composites à matrice époxyde renforcée par des fibre de Verre E, Thèse de doctorat 2003, école centrale de LYON.

[23] GUIGON (M.)

Phénomènes interfaciaux dans un composite carbone-époxy. Étude par microscopie électronique par transmission. P. 131-143, comptes rendus 6^{es} Journées Nationales composites (JNC-6), AMAC, Paris (1988).

[22] GUTOWSKI (W)

Effet of fibre -matrix adhesion on mechanical properties of composites (effet de l'adhésion fibre-matrice sur les propriétés mécaniques des composites P505-520, composites interfaces (ICC-III), Elsevier science, Pub.CO, Inc, New York (1990).

[25] Ali KALOUF

Etude du comportement des interfaces et des interphases dans les composites a fibres et a matrices céramiques. Thèse de doctorat Ecole Doctorale Matériaux de Lyon (2006).

[26] Patricia KRAWCZAK

Essai des plastiques renforcés. Docteur-ingénieur responsable du laboratoire « Structures en composites » de l'École des mines de Douai. Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites

[27] Béatrice LARGE -TOUMI

Etude du comportement en fatigue de composite carbone époxyde : rôle de l'interface. Thèse de doctorat école centrale de LYON (1994).

[28] Allen Yu, Vijay Gupta

Measurement of in situ fiber/matrix interface strength in graphite/epoxy composites. University of California (1998).

[29] D. Rouby

Comportement des composites à fibres longues et matrice flexible et tenace. Micromécanique des composites (1999).

[30] Maurice REYNE

Technologie des composites Edition HERMES, Paris, 1990

[31] BROUTMAN (L.J.) et KROCK (R.H.)

Composite Materials. Vol. 6 : *Interfaces in polymer matrix composites*. Édité par E.P. PLUEDEMANN. Academic Press, New York, p. 61 (1974).

[32] ADAMS (D.F)

Influence de l'interface sur les propriétés mécaniques et physiques des composites unidirectionnels : corrélation expérience-théorie micromécanique. new York (1986)

[33]Cox H.L.

' The elasticity and strength of paper and other fibrous materials', British Journal of Applied Physics, **3**, N°1 (1952)

[34]Kelly, A.

Tyson, W.R., 'Fiber strengthened materials', in High Strength Materials,V.F. Zackay Ed., J. Wiley & Sons, London (1964)

[35] BROUTMAN (J.L.).

Mesure de la résistance interfaciale fibre matrice polymère, Interfaces in Composites. ASTM STP 452, (1969)

[36] Philippe ZINCK

De la caractérisation micromécanique du vieillissement hydrothermique des interphases polyépoxyde-fibre de verre au comportement du composite unidirectionnel. Relations entre les échelles micro et macro. Thèse doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon (1999).

[37] I. YE, A.K. Kaw

Determination of mechanical properties of fiber-matrix interface from pushout test. Mechanical Engineering, University of south Florida (1999).

[38] Young Kuk Choi

Réalisation et caractérisation de composites hydrides Verre/époxy/Ni-Ti adaptatifs. Ecole centrale de Lyon, Juin 2002.

[39] Catherine POMEL, Christophe Baley, Bernard LAMY

Influence de prétraitements et traitements chimiques sur l'adhérence fibre de lin/résine thermodurcissable polyester. Ecole Centrale de Nantes (2001).

[40] L'industrie française des matériaux composites

Etude stratégique réalisée par pour le compte de la DiGITIP / SIM. Louis Berreur
Bertrand de Maillard Rév. 2 du 13 mai 2002 Stanislas Nösperger 17 décembre 2001.

[41] Kacimi Bachir

Comportement aux chocs des composites à renfort verre et matrice organique.
Mémoire de magister, Laboratoire de Mécanique, Structure et Energétique UMMTO
(2010).