REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou





FACULTE DU GENIE DE CONSTRUCTION DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master Academique en Genie Mecanique option :

CONSTRUCTION MECANIQUE



Etude du comportement mécanique d'un

stratifié verre/polyester

Proposé et dirigé par :

Mr. KACIMI Bachir

Co-encadreur :

Mme. KACIMI F

<u>Réalisé par :</u>

- BOUMEDINE Rabah
- DJERA Lyza

Année universitaire: 2014-2015

REMERCIEMENTS

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui on voudrai témoigner toute notre reconnaissance.

On voudra tout d'abord adresser toute notre gratitude au promoteur de ce mémoire, Mr KACIMI B., pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter notre réflexion.

On désir aussi remercier les ingénieurs du laboratoire de génie mécanique, qui nous ont fourni les outils nécessaires à la réussite de ce projet d'études.

On voudra exprimer notre reconnaissance envers les amis et collègues qui nous ont apporté leur support moral et intellectuel tout au long de notre démarche.

Un grand merci à tous nos enseignants, que ce soit de cette année ou bien des années précédentes, et tous ceux qui de près ou de loin ont apporté leur contribution à la réalisation de ce travail, on vous prie de trouver l'expression de notre profonde reconnaissance.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes parents , Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler, Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie,

A tous ceux qui m'ont soutenu tout au long de ce projet, bien sûr à mon frères ABDOU et ma sœur LIZA, sans oublier ma grand-mère que j'aime énormément. A toute ma famille, et mes amis, A mon binôme LYZA et toute la famille DUTERA. Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

Rabah

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes parents , Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler, Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie,

A tous ceux qui m'ont soutenu tout au long de ce projet, bien sûr mes sœurs MELISSA, SABRINA et MASSISSILIA sans oublier mes deux grands-mères que j'aime énormément. A toute ma famille, et mes amis, A mon binôme RABAH et toute la famille BOUMEDINE. Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

Lyza

Introduction générale1
Chapitre I - Présentation des matériaux composites
I.1.Introduction
I.2.Définition d'un Matériau composite
I.3.Composition des matériaux composites4
I.3.1. Matrices
I.3.2.Les renforts
I.3.2.1.Les fibres
I.3.2.2. Géométrie des renforts13
I.3.2.3.Ensimage
I.3.3.Les charges14
I.3.4. Les interfaces14
I.4. Classification des matériaux composites15
I.4.1. Classification suivant la forme des constituants15
I.4.2. Classification suivant la nature des constituants17
I.5. Architecture des composites17
I.5.1. Les stratifiés18
I.5.2. Structures en sandwich19
I.6. Avantages des matériaux composites20
I.7. Inconvénients des matériaux composites20
I.8. Généralités sur les composites verre /polyester20
I.9.Intérêt des composites en construction navale22
I.10. Quelques procédés de fabrication24
I.10.1.Moulage au contact24
I.10.2.Moulage par projection simultanée25
I.10.3. Moulage sous vide
I.10.4. Moulage par injection basse pression de résine - RTM26
I.10.5. Moulage à la presse à froid "voie humide" basse pression
I.11. Conclusion

SOMMAIRE

Chapitre II- Influence de l'environnement sur le comportement des composites

II.1.Introduction
II.2.Influence du vieillissement
II.2.1. Généralités sur le vieillissement
II.2.2.Comportement des structures composites exposées à un fluide
II.2.3. Absorption d'eau dans les composites
II.2.4.Comparaison résine pure / résine renforcée (matériau composite)36
II.2.5. Interaction solvant-polymère
II.2.6. Mécanismes de dégradation
II.2.7. Effets de l'humidité sur les fibres de verre40
II.2.8.Effets du vieillissement sur l'évolution des propriétés thermomécaniques41
II.2.9. Évolution des propriétés après séchage43
II.2.10. Corrélation entre vieillissement naturel et accéléré44
II.2.11. Observations microscopiques des défauts crées au cours du vieillissement44
II.3.influence de la température45
II.3.1.Évolution thermomécanique des composites46
II.4.CONCLUSION

Chapitre III- Essais mécaniques

III.1. Introduction	
III.2. Essais mécaniques	48
III.2.1.Essais sur produits finis	49
III.2.1.1. Essais statiques	49
a) Essai de traction	
b) Essai de compression	53
c) Essai de flexion	53
d) Essai de cisaillement	
e) Essai de dureté	
III.2.1.2. Essais dynamiques	61
a) Essai de résilience	61
b) Essai de fatigue	62
III.2.2. Essais sur éprouvettes modèles	64

a)	Les tests d'extraction "pull-out"	64
b)	Les tests d'indentation	65
c)	Test de fragmentation	66
III.3. (Conclusion	66

Chapitre IV- Endommagement des matériaux composites

IV.1. Introduction	67
IV.2. Mécanismes d'endommagement dans les composites	67
IV.3.Modes de rupture	69
IV.4.Les mécanismes d'endommagement	69
IV.4.1.Rupture de fibre	70
IV.4.2.Fissuration matricielle	70
IV.4.3.Décohésion fibre-matrice	72
IV.5.Fissuration des composites stratifiés	72
IV.6. Facteurs influençant la résistance du composite	74
IV.7. CONCLISION	75

Chapitre v- Partie expérimentale

V.1. Introduction	76
V.2.Matériaux de l'étude	76
V. 2.1.Constituants des matériaux	77
V.2.2. Procédé d'élaboration des matériaux	77
V.3.Découpage des éprouvettes	78
V.4.Géométrie des éprouvettes de flexion	79
V.5.Essais physico-chimiques	80
V.5.1. Essai de perte au feu (calcination)	80
V.5.1.1. Principe de l'essai	80
V.5.1.2 Matériel utilisé	80
V.5.1.3 Déroulement de l'essai	81
V.5.2. Essai de vieillissement dans différents milieux	83
V.5.2.1.Conditions de vieillissement	83

V.5.2.2.Déroulement de l'essai (gravimétrie)
V.6. Essais mécaniques
V.6.1. Essai statique en flexion trois points
a) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de mer (salinée)
b) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de Javel
c) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de Robinet
d) Sollicitation dans le sens du gel-coat suivant les chaines (V=10mm/s)
e) Sollicitation dans le sens du gel-coat suivant les trames (V=10mm/s)
f) Sollicitation dans le sens inverse du gel-coat suivant les chaines (V=10mm/s)92
g) Sollicitation dans le sens inverse du gel-coat suivant les trames (V=10mm/s)93
h) Sollicitation dans le sens du gel-coat à une vitesse de 150 mm/s
i) Sollicitation dans le sens du gel-coat à une vitesse de 250 mm/s
i) Sollicitation dans le sens du gel-coat à une vitesse de 350 mm/s
k) Sollicitation à une température de 50°c couplée avec une vitesse de 10 mm/s95
 Sollicitation à une température de 50 °c couplée avec une vitesse de 350 mm/s95
m) Sollicitation à une température de 70 °c couplée avec une vitesse de 10 mm/s96
n) Sollicitation à une température de 70 °c couplée avec une vitesse de 350 mm/s96
 o) Sollicitation à une température de 90 °c couplée avec une vitesse de 10 mm/s97
p) Sollicitation à une température de 90 °c couplée avec une vitesse de 350 mm/s97
V 6.2 Effet d'autres paramètres sur les caractéristiques mécaniques du matériau 98
a) Effet de l'anisotropie 98
b) Effet du sens de l'application de la force 99
c) Effet de la vitesse de sollicitation 100
d) Effet de la température 101
e) Effet du vieillissement 101
f) Effet de la température couplée avec la vitesse 102
V 6 3 Essai de micro-dureté 102
V 7 CONCLUSION
V./.CONCLUSION

Conclusion générale

Conclusion générale10	15
-----------------------	----

<u>Liste des figures</u>

Figure page
Figure I.1 : Matériau composite en général
Figure I.2 : La classification des types de matrice
Figure I.3 : La classification des types de renforts
Figure I.4 : Les structures géométriques des composites
Figure I.5 : les principaux types d'armures utilisées pour le tissage des tissus 10
Figure I.6 : Tissages cylindrique et conique11
Figure I.7: Tissage 3D orthogonal et Tissage 4D11
Figure I.8 : Les structures géométriques des composites13
Figure I.9 : Le rôle de l'interface sur la ténacité des composites15
Figure I.10 : Dispositions possibles des fibres dans un pli
Figure I.11 : Une structure en sandwich (image NASA) et ses constituants19
Figure I.12: Comparaison des caractéristiques mécaniques en flexion et des masses de trois
structures : une plaque et deux sandwiches
Figure I.13 : Moulage au contact
Figure I.14 : Moulage par projection simultanée
Figure I.15 : Moulage par injection basse pression de résine – RTM
Figure I.16 : Moulage à la presse à froid "voie humide" basse pression27
Figure II.1 : Courbe d'absorption Fickienne
Figure II.2 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques
d'absorption d'eau non fickienne33
Figure II.3 : Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites carbone/époxyde
et résines époxydes en fonction du degré d'humidité HR%
Figure II.4 : Mobilisation d'une molécule d'eau par deux groupements polaires
Figure II.5 : Réaction d'hydrolyse40
Figure II.6 : Processus de coupure statistique des squelettes macromoléculaires40
Figure II.7 : Plastification par un solvant41
Figure II.8 : Évolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en
fonction de la température d'immersion43
Figure II.9 : Courbe de vieillissement « échelle semi –logarithmique »44

Figure II.10 : Endommagement sur un stratifié soumis à des sollicitations thermiques46
Figure II.11 : Courbe de traction en température du composite verre/polyester46

Figure III.1 : différents types d'essais mécaniques	48
Figure III.2 : Traction longitudinale	50
Figure III.3: traction transversale	51
Figure III.4 : Traction hors axes	51
Figure III.5 : obtention des éprouvettes unidirectionnelle et hors axes dans la plaque.	
Figure III.6 : Essai de flexion trois points, selon EN ISO 14125	54
Figure III.7 : Rayon de pannes en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette	54
Figure III.8 : Essai de flexion quatre points, selon EN ISO 14125	56
Figure III.9 : Schéma de principe de l'essai de flambement	57
Figure III.10 : Principe de la dureté Brinell	59
Figure III.11 : Principe de la dureté Vickers	60
Figure III.12 : Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier)	61
Figure III.13 : Principe de l'essai de résilience	62
Figure III.14 : schéma illustrant l'influence des paramètres sur le comportement en	
fatigue	63
Figure III.15 : Schéma d'une éprouvette d'extraction	65
Figure III.16 : Principe de l'essai de "push-out"	65
Figure IV.1 : Les différents types d'endommagement et échelles d'observation. Illust	ration
sur un matériau stratifié	68
Figure IV.2 : Différents modes de rupture	69
Figure IV.3 : Rupture de fibre	70
Figure IV.4 : Rupture de la matrice	71

Figure IV.4 : Rupture de la matrice	.71
Figure IV.5 : Modes de fissuration de la matrice	71
Figure IV.6 : Décohésion fibre-matrice	.72
Figure IV.7 : Différents types de fissuration au sein d'un	
composite	.73
Figure IV.8 : mécanismes de ruptures dans les stratifiés	.73
Figure IV.9 : Effet de la longueur d'une fibre de verre E sur la résistance moyenne de la	
fibre	.74

Figure IV.10 : Corrélation entre la résistance au cisaillement du composite et le taux de
porosité74
Figure IV.11 : Influence du taux de porosité sur la résistance à la compression du composite à
fibre de verre75

Figure V.1 : Domaine d'utilisation du matériau composite76.
Figure V.2 : Stratification utilisée77
Figure V.3 : Les différents renforts utilisés77
Figure V.4 : Moulage au contact78
Figure V.5 : Architecture des tissus taffetas 800g/m ² 78
Figure V.6 : Scie à disque diamanté79
Figure V.7 : Géométrie des éprouvettes79
Figure V.8 : Matériel utilisé
Figure V.9: Échantillons avant calcination et après calcination81
Figure V.10 : Pesée à vide, avec échantillon, après calcination
Figure V.11 : Les échantillons après calcination
Figure V.12 : Balance de précision 10 ⁻⁴ g84
Figure v.13 : Cinétique d'absorption du lot AC1-5 vieillis dans l'eau de mer85
Figure v.14 : Cinétique d'absorption du lot AC6-10 vieillis dans l'eau de javel85
Figure v.15 : Cinétique d'absorption du lot AC11-15 vieillis dans l'eau de robinet
Figure v.16 : Comparaison des cinétiques d'absorption entre le slots AC1-5 et AC11-
15
Figure v.17 : Dégradation du lot AC6-10 dans l'eau de Javel
Figure V.18 : Machine de flexion et de traction Z 50
Figure V.19 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac1 vieilli dans l'eau de
Mer90
Figure V.20 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac6vieilli dans l'eau de
Javel90
Figure V.21 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac11 vieilli dans l'eau de
Robinet
Figure V.22 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac16 non vieilli91
Figure V.23 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon At1 non vieilli
Figure V.24 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac21 non vieilli92

Figure V.25 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon At6 non vieilli93
Figure V.26 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac36 non vieilli93
Figure V.27 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac41 non vieilli94
Figure V.28: Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac46 non vieilli94
Figure V.29 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac26 non vieilli95
Figure V.30 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac31 non vieilli95
Figure V.31 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac51 non vieilli96
Figure V.32 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac56 non vieilli96
Figure V.33 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac61 non vieilli97
Figure V.34 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac66 non vieilli97
Figure V. 35 : Éprouvettes rompues en flexion trois points
Figure V. 36 : Influence de l'anisotropie sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture
et le module de Young99
Figure V. 37 : Influence du sens de l'application de la force sur la contrainte élastique,
la contrainte à rupture et le module de Young100
Figure V. 38 : Influence de la vitesse sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture
et le module de Young100
Figure V. 39 : Influence de la température sur la contrainte élastique, la contrainte à
rupture et le module de Young101
Figure V.40 : Influence du vieillissement sur la contrainte élastique, la contrainte à
rupture et le module de Young101
Figure V.41: Influence de la température couplée avec la vitesse sur la contrainte
élastique, la contrainte à rupture et le module de Young102
Figure V. 42 : durométre et empreinte Knoop103

<u>Liste des tableaux</u>

Tableaupage
Tableau I.1 - Caractéristiques des résines thermoplastiques
Tableau I.2 - Caractéristiques des résines thermodurcissables
Tableau I.3 : Principales différences entre matrices TP et TD
Tableau I.4 : Caractéristiques moyennes des fibres et renforts
Tableau I.5 : Composition massique du verre de type E
Tableau I.6 : Avantages et limites du procédé de moulage au contact
Tableau V.1 : Résultats de l'essai perte au feu
Tableau V.2: Valeurs de D_x et de $w_{\infty}(\%)$ d'absorption dans l'eau de robinet et
l'eau saline (eau de mer)
Tableau V.3 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac1-5» vieillis dans l'eau de
Mer
Tableau V.4 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac6-10» vieillis dans l'eau de
Javel
Tableau V.5 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac11-15» vieillis dans l'eau de
Robinet
Tableau V.6 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac16-20» non vieillis
Tableau V.7 : Caractéristiques mécaniques du « lot At1-5» non vieillis
Tableau V.8 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac21-25» non vieillis
Tableau V.9 : Caractéristiques mécaniques du « lot At6-10» non vieillis
Tableau V.10 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac36-40» non vieillis
Tableau V.11 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac41-45» non vieillis
Tableau V.12 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac46-50» non vieillis
Tableau V.13 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac26-30» non vieillis
Tableau V.14 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac31-35» non vieillis
Tableau V.15 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac51-55» non vieillis
Tableau V.16 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac56-60» non vieillis
Tableau V.17 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac61-65» non vieillis
Tableau V.18 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac66-70» non vieillis
Tableau V. 19 : Résultat obtenu par l'essai de micro-dureté pour l'échantillon104

Liste des symboles

- σ_{e} : La Contrainte d'élasticité
- E: Module d'élasticité [MPa].
- ρ : Masse volumique [Kg/m³].
- μ_{LT} : Coefficient de poisson
- Fr : charge à la rupture
- σ_f : Contrainte normale
- $\sigma_{\rm \scriptscriptstyle fl}\,$: La contrainte de flexion
- E_{fl} : Le module de flexion
- $\sigma_{\scriptscriptstyle \mathrm{max}}$: Contraintes maximale
- $\sigma_{\scriptscriptstyle{
 m min}}$: Contraintes minimale
- σ_{fu} : Contrainte à la rupture des fibres
- τ_d : contrainte de décohésion
- f: flèche mesurée en flexion
- Tg : température de transition vitreuse

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les matériaux composites à matrice polymère renforcée par des fibres minérales sont de plus en plus employés dans plusieurs domaines de l'industrie comme l'aéronautique, l'automobile et la construction navale. Ces matériaux se présentent sous forme de stratifiés qui consistent en un empilement de plis de fibres (tissées ou non) imprégnés de résine, et protégés du milieu environnant par une couche de résine pigmentée de protection, le gel-coat.

Les résines polyester insaturé renforcées par des fibres de verre sont ainsi les matériaux les plus utilisés, de par leur facilité de mise en œuvre et leur faible coût, pour la construction de coques de grande série ou comme composites de grande diffusion (décors des bassins, piscines, réservoirs, canalisations, containers, carrosseries, toitures), en environnement agressif (chimique, humidité ambiante, eau de mer).

Une coque de bateau est ainsi soumise à divers types de sollicitations liés à l'environnement, que l'on peut séparer en plusieurs parties distinctes : une zone atmosphérique, une zone de marnage et d'éclaboussures et une zone d'immersion totale. De plus, à l'interface atmosphère (milieu gazeux) - eau de mer (milieu liquide), de nombreux échanges physico-chimiques peuvent se produire. La coque subit, sur ses parties aériennes et immergées, un vieillissement :

- mécanique, dû à l'action des vents, des courants, de la pression hydrostatique, du chargement de la structure, de chocs et de vibrations.
- physique, par des cycles d'humidification-séchage, des variations thermiques, et de l'absorption d'eau.
- chimique, par attaque hydrolytique, photochimique ...
- biologique, (salissures marines et bio-détérioration).

Le problème majeur des coques composites reste d'actualité, leur développementest lié à une meilleure connaissance des propriétés de base des fibres et de la résine ainsi qu'à l'influence de la disposition de ces constituants sur le comportement mécanique. Vu la nature des résines (généralement des résines polymériques) et des renforts (fibre de verre ou de carbone), les phénomènes intervenant dans le comportement mécanique de ces matériaux sont très complexes.

Plusieurs méthodes de caractérisation de ces composites ont été mises au point. Elles permettent le choix optimal du type de composite et mettent en évidence les paramètres prépondérants dans le comportement du matériau.

L'objet de ce présent travail est axé sur l'élaboration d'un matériau composite à matrice polyester insaturé et fibres de verre (utilisé pour la réalisation des coques de bateaux 4,80 m) et l'étude de son comportement aux sollicitations statiques monotones à travers des essais de flexion trois points en variant les paramètres influençant (température et vitesse de sollicitation). Ainsi que l'influence de l'environnement sur son comportement mécanique grâce à des tests de vieillissement dans trois solvants (eau de mer, eau de javel et eau de robinet).

Afin de mener à bien notre travail, nous l'avons organisé en deux parties, une partie théorique consacrée à la recherche bibliographique et une partie expérimentale.

Après une introduction générale du sujet, vient la première partie composée de quatre chapitres, le premier chapitre où nous avons présenté des généralités et rappels sur les matériaux composites, leurs constitutions ainsi que leurs technologies de mise en œuvre. Le deuxième chapitre concerne l'influence de l'environnement sur le comportement mécanique des matériaux composites. La méthodologie utilisée consiste à étudier tout d'abord l'influence du vieillissement, nous nous sommes par la suite intéressés à l'influence de la température. Dans le troisième chapitre, nous avons parlé des différents essais mécaniques utilisés pour connaitre le comportement et les caractéristiques mécaniques d'un matériau. Nous terminons cette partie en décrivant les différents mécanismes d'endommagement des composites.

Dans la partie expérimentale, nous présenterons le matériau composite élaboré en matrice polyester insaturé renforcée par des fibres de verre type E (le mat 300, le mat 450 et le taffetas 800). Après avoir expliqué le mode d'élaboration et les conditions de vieillissement retenues pour la présente étude ainsi que les différents essais effectués (essais de flexion trois points, perte au feu et l'essai de micro-dureté), nous nous étalerons sur les résultats obtenus et une interprétation de ces derniers sera donné.

Nous terminerons par une conclusion générale qui débouchera sur des recommandations futures de ce thème de travail.

CHAPITRE I

Présentation des matériaux

composites

I.1. Introduction

Les premiers développements des composites ont été liés aux besoins de l'industrie en matériaux à caractéristiques mécaniques élevées associés à un faible cout et poids. Actuellement, ils sont présents dans tous les secteurs industriels. Ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. L'utilisation de ces matériaux implique des choix restreints conditionnés par les caractéristiques des différents éléments constituant le matériau choisi (résines, fibres, interface, additifs, ...) ainsi le procédé de sa mise en œuvre. La connaissance des caractéristiques de chacun des composants permet, par la sommation de leurs performances (physique, chimique, mécanique, ...etc.), de définir celles du produit final.

I.2. Définition d'un Matériau composite

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase continue est appelée la matrice qui assure la cohésion de la structure et la transmission des efforts vers la phase discontinue qui présente usuellement les propriétés mécaniques (rigidité et résistance) supérieures à celle de la matrice et est notée renfort. [1]



Figure I.1 : Différents constituants d'un matériau composite.

Parmi les composites on distingue deux types : les composites grande diffusions (GD) et les composites hautes performances (HP) :

• Composites de Grande Diffusion GD

Les plus courants, proviennent essentiellement du couple fibre de verre E/polyester, ou verre E/Techno-polymère, avec un taux de renforcement voisin de 30 % (en masse). Ils représentent actuellement les plus gros volumes d'emploi avec un bon compromis performance/coût voisin du coût du matériau de base. [2]

• Composites de Haute Performance HP

Encore, peu développés, ils sont issus surtout des associations de fibres longues de verre R, carbone ou aramide (kevlar) avec des résines époxydes, et des taux élevés de renfort, supérieure à 50%.

Leurs propriétés, en particulier la résistance mécanique est supérieure à celle des matériaux conventionnels. [2]

I.3. Composition des matériaux composites

Un matériau composite est alors un matériau formé de plusieurs constituants de natures différentes, généralement à deux, matrice et renfort.

I.3.1. Matrices

La matrice est un liant qui maintient en place la dispersion des fibres, les protège physiquement et chimiquement et assure, en plus, la liaison mécanique entre les éléments de renfort. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I.2. [2]





Le rôle de la matrice est double :

- Elle conserve la disposition des fibres ;
- Elle transmet les sollicitations auxquelles est soumise la pièce.

La matrice se présente donc sous plusieurs formes :

- Matrices organiques,
- Matrices minérale.

a. Matrices organiques

Les deux types de résines qui sont, actuellement, utilisées présentent des propriétés foncièrement différentes :

• Résines thermoplastiques

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles présentées dans le tableau I.1. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques. [3]

Résines	$T_f(C^\circ)$	ρ (Kg/m ³)	$\sigma_t^r(Mpa)$	E(Gpa)
Polyamide	65 à 100	1140	60 à 80	1,2 à 2,5
Polypropylène	900	1200	20 35	1,1 à 1,4

Tableau I.1 Caractéristiques des résines thermoplastiques.

• Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Les résines polyesters insaturées, les résines de condensation et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. [3]

Les résines thermodurcissables principalement utilisées actuellement sont :

 Résines polyesters : les polyesters insaturés sont les résines les plus utilisées dans les applications GD. Elles se présentent sous la forme d'une solution polyacide plus polyalcool qui se rigidifie sous l'action d'un catalyseur et de l'action de la chaleur. Elles présentent le grand défaut d'émettre des vapeurs de styrène au cours de la polymérisation et d'être difficiles à stocker. [2]

- Résine époxyde : c'est la plus utilisée dans l'aéronautique. Elle possède de bonnes propriétés jusqu'à une température de 170°C mais elle est plus coûteuse que la résine polyesters. [2]
- Résine phénolique : les résines phénoliques sont obtenues par la polycondensation du phénol et du formol ; elles présentent une très bonne tenue au feu. Elles sont fragiles, sensibles à l'humidité, difficiles à mettre en œuvre. [2]
- Résine thermostable : Polymère présentant des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures élevées appliquées de façon continue. Cette propriété est mesurée en déterminant la température que peut supporter la résine durant 2000 Heures sans perdre la moitié de ses caractéristiques mécaniques. [2]
- Résine vinylesters : les vinylesters sont des dérivés de polyesters et d'acide acrylique ; ils ont une bonne tenue à la fatigue et un bon comportement à la corrosion mais sont combustibles. [2]

Les propriétés mécaniques des principaux types de matrices organiques sont résumées dans le tableau suivant :

résines	$T_f(^{\circ}C)$	ρ (Kg/m ³)	$\varepsilon_t^{\mathrm{R}}(\%)$	$\sigma_t^{\rm R}$ (MPa)	$\sigma_c^{\rm R}$ (MPa)	E (GPa)
polyesters	60 à 100	1 140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2,8 à 3,6
phénoliques	120	1 200	2,5	40	250	3 à 5
epoxydes	290	1 100 à 1 500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

Tableau I.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables.

La matrice constituant le matériau composite de cette étude est une résine thermodurcissable de polyester insaturée.

Il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices.

- La structure des TP se présente sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme (les chaînes se plient alors), et les refroidir pour les fixer (les chaînes se bloquent). Cette opération est réversible. [4]
- La structure des TD a la forme d'un réseau tridimensionnel qui se ponte (double liaison de polymérisation) pour durcir en forme de façon définitive, lors d'un échauffement. La transformation est donc irréversible. [4]

Le Tableau 1.3 résume les caractéristiques élastiques et propriétés mécaniques des résines thermoplastiques TP et thermodurcissables TD

Matrices	Thermoplastiques TP	Thermodurcissables TD
Etat de base	solide prêt à l'emploi	liquide visqueux à polymériser
Stockage	illimité	réduit
Mouillabilité renforts	difficile	aisée
Moulage	chauffage + refroidissement	chauffage continu
Cycle	court	long
Tenue au choc	assez bonne	limitée
Tenue thermique	réduite	bonne
Chutes et déchets	recyclables	perdus ou recyclés en charges
Conditions de travail	propreté	émanation pour "méthode humide"

Tableau I.3 : Principales différences entre matrices TP et TD.

b. Matrices minérales

Il existe deux types de matrices minérales, matrice métallique et matrice céramiques

• Matrices métalliques

L'utilisation des matrices métalliques est encore actuellement en grande partie à un stade préindustriel. Plusieurs matériaux composites tels que ; l'Aluminium et ses alliages, Nickel, Titane, présentent une bonne conductibilité électrique et thermique, une bonne tenue à des températures élevées et de plus ils possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques transverses. Leur fabrication conduit à des coûts très élevés. [2]

• Matrices céramiques

Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé. [2].

I.3.2. Les renforts

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel ou plus). [3]

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure I.3.



Figure I.3 : La classification des types de renforts.

I.3.2.1.Les fibres

Une fibre est une forme de matière extraordinaire possédant une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevés que ceux du même matériau sous forme massive. Sous la forme d'un filament fin, les propriétés d'un matériau sont beaucoup plus proches des valeurs théoriquement possibles que tout autre forme de matière, surtout en résistance à la rupture. En effet, la résistance à la rupture d'un matériau n'est pas une propriété intrinsèque mais dépend des défauts présents à la surface ou dans le volume du matériau, qui engendrent des concentrations de contrainte. [2].

Les fibres se présentent sous diverses formes commerciales :

- linéiques (fils, mèches, ... etc.);
- tissus surfaciques (tissus simples, mats,... etc.);
- multidirectionnelles (tresses, tissus complexes, ...etc.).

Il existe également des fibres courtes de 1 à 2 mm qui sont dispersées dans la matrice, ou encore des fils coupés de 15 à 50 mm de longueur. Leur utilisation est encore limitée en raison des difficultés de fabrication. [2]

• Forme linéique

Les fibres sont élaborées suivant un diamètre de quelques microns seulement (filaments élémentaires). Pour leur utilisation pratique, ces fibres sont réunies en fils ou en mèches de différentes formes. La nomenclature générale des diverses formes linéiques est encore mal déterminée, et généralement dérivée de celle utilisée pour les fibres de verre. [2]

• Forme surfacique

Les fils peuvent être utilisés pour réaliser des formes surfaciques suivantes [2] :

a) Les mats

Ce sont des nappes de fils continus ou discontinus, disposés dans un plan sans aucune orientation préférentielle. Ils sont maintenus ensemble par un liant soluble ou non dans les résines, suivant la mise en œuvre. L'absence d'orientation préférentielle des fibres conduit à une isotropie des propriétés mécaniques du mat dans son plan. [2]

b) Les tissus et rubans

Un tissu (ou ruban) est un ensemble surfacique de fils, de mèches, etc., réalisé sur un métier à tisser. Il est constitué (figure I.4) :

- d'une chaîne, ensemble de fils parallèles répartis dans un plan suivant la longueur du tissu,
- d'une trame, ensemble de fils s'entrecroisant avec les fils de chaîne [2]



Figure I.4 : chaine et trame d'un tissu.

CHAPITRE I

Selon le schéma d'entrecroisement des fils de chaîne et les fils de trame, que l'on nomme l'armure du tissu, on distingue plusieurs types de tissage :

- armure toile ou taffetas ;
- armure satin ;
- armure sergé ;
- armure à haut module ;
- armure unidirectionnelle.

La figure I.5 présente les principaux types d'armure utilisés pour le tissage des tissus [2].



Figure I.5 : les principaux types d'armures utilisées pour le tissage des tissus.

• La forme multidirectionnelle

a) Tresses et préformes

Ils représentent des tissages cylindrique ou conique (figure I.6) avec des entrecroisements réguliers des fils qui a la particularité d'être modulable en diamètre. Les fils s'entrecroisent en hélice. Le diamètre de la tresse est lié au pas de l'hélice, par conséquent à l'angle que font les fils entre eux. Ce tissage nous permet des révolutions très résistantes ayant un diamètre variable le long de l'axe [2].



Figure I.6 : Tissages cylindrique et conique.

b) Tissus multidirectionnels

Les fibres sont tissées dans plusieurs directions. Ceci permet d'obtenir un tissu très dense et épais mais par conséquent peu souple, il est utilisé par exemple pour la réalisation de tuyère. Des tissages 3D et 4D sont montrés respectivement par la figure I.7 [2].



Figure I.7 : Tissage 3D orthogonal et Tissage 4D.

On peut distinguer plusieurs classes de fibres, parmi ces fibres on peut citer :

• Fibres de verre

L'excellent rapport qualité/prix des fibres de verre fait qu'ils sont les plus utilisés actuellement dans les composites à matrice polymère.

Le verre est un matériau très fragile du fait de sa forte sensibilité aux microfissures. Cette fragilité diminue lorsque le verre est sous forme de fibre puisque les microfissures sont moins nombreuses, ce qui lui confère de bonnes performances. D'une manière générale, elles présentent une résistance élevée à la rupture, une masse volumique faible (voisine de $2,5g/m^3$) et une rigidité relativement plus faible que celles des autres renforts.

Il existe différents types de verres : le verre E, C, D, R ou S, de différentes propriétés dues à la différence de la composition du mélange de préparation.

Les fibres de verre sont produites par l'étirage du verre fondu à travers une filière. Elles sont fabriquées avec une gamme de diamètres habituellement compris entre 5 et 25mm et une grande vitesse de l'ordre 250m/s.

Les fibres de verre sont fragiles et leur rupture brutale est sans déformation plastique. Elles souffrent également d'un module de Young faible et d'une densité plus élevée que celle d'autres fibres. [4]

Le verre de type E est employé pour les fibres de verre constituant le renfort du matériau composite faisant l'objet de ce travail.

• Fibres de carbone

Les fibres de carbone ont de très fortes propriétés mécaniques et sont élaborées à partir d'un polymère de base, appelé précurseur. Actuellement, les fibres précurseur utilisées sont des fibres acryliques élaborées à partir du polyacrylinitrique (PAN). La qualité des fibres de carbone finales dépend fortement des qualités du précurseur.

Le principe d'élaboration est de faire subir aux fibres acryliques une décomposition thermique sans fusion des fibres aboutissant à une graphitation. Le brai qui est un résidu de raffinerie issu du pétrole ou de la houille est également utilisé pour produire des fibres de carbone. [3]

• Fibres aramides

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. [3]

• Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société. [3]

Renforts	Diamètre du filament (μm)	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Module d'élasticité longitudinal (MPa)	Module de cisaillement (MPa)	ج Coefficient de Poisson	Contrainte de rupture (traction) MPa	 Allongement à rupture % 	Coefficient de dilatation thermique °C ⁻¹
Verre E	16	2 600	74.000	30,000	0.25	2 500	35	0.5*10-5
Verre D	10	2 500	74 000	50 000	0,25	2 300	3,5	0.2*10-5
Verre K	10	2 500	86 000		0,2	3 200	4	0,3*10
Carbone HM	6.5	1 800	390 000	20 000	0,35	2 500	0,6	0,08*10-5
Carbone HR	7	1 750	230 000	50 000	0,3	3 200	1,3	0,02*10 ⁻⁵
Kevlar 49	12	1 450	130 000	12 000	0,4	2 900	2,3	-0,2*10 ⁻⁵
Bore	100	2 600	400 000			3 400	0,8	$0,4*10^{-5}$
Silicate d'alumine	10	2 600	200 000			3 000	1,5	
Polyéthylène		960	100 000			3 000		

Les caractéristiques mécaniques des fibres sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau I.4 : Caractéristiques moyennes des fibres et renforts.

1.3.2.2. Géométrie des renforts

D'un point de vue géométrique, on peut distinguer trois grands types de renforts :

- les fibres longues ; c'est-à-dire de longueur comparable aux dimensions de la pièce, voir Figure I.8.a ;
- les fibres courtes ; c'est-à-dire de longueur faible devant les dimensions de la pièce, voir Figure I.8.b ;
- les particules, ou charges renforçantes, voir Figure I.8.c. [5]



Figure I.8 : Les structures géométriques des composites.

I.3.2.3.Ensimage

Les renforts destinées à la fabrication des composites reçoivent un ensimage. L'ensimage est une dispersion aqueuse spécifique comportant un agent collant, un agent pontant et des agents antistatiques, permettant d'assurer différents rôles :

- compatibilité de la liaison fibre matrice ;
- > cohésion inter-filamentaire (raideur du fil) pour qu'il soit manipulable ;
- protection contre l'abrasion générée par la mise en œuvre (frottement contre pièces métalliques);
- élimination des charges électrostatiques dues aux frottements ;
- > augmentation du mouillage de la fibre au cours de l'imprégnation.

L'ensimage est spécifique pour une résine et un procédé donné. [4].

I.3.3.Les charges

On désigne sous le nom général 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, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé.

A l'inverse des matières thermoplastiques, les matières thermodurcissables ont toujours contenu des charges de nature et de formes variées, à des taux souvent élevés pouvant atteindre 60 % en masse. [4]

Pour un polymère donné, le choix d'une charge est déterminé en fonction des modifications recherchées pour l'objet fini. Mais, d'une manière générale, les substances utilisables comme charges des matières plastiques devront d'abord satisfaire à un certain nombre d'exigences :

- Compatibilité avec la résine de base ;
- Mouillabilité ;
- Uniformité de qualité et de granulométrie ;
- Faible action abrasive ;
- Bas prix de revient. [4]

I.3.4. Les interfaces

Les composites étant des matériaux hétérogènes, ils possèdent des interfaces, c'est-àdire des surfaces de contact entre la matrice et le renfort. Tant que le composite est intact, les deux constituants adhèrent parfaitement l'un à l'autre, et l'interface ne joue donc aucun rôle particulier. Cependant, l'interface joue un rôle important lorsque le composite subit des dégradations mécaniques et commence à se fissurer suite à une surcharge, à la fatigue... [5]

En effet, les interfaces ont la propriété de dévier les fissures : lorsqu'une fissure se propage dans la matrice et atteint l'interface (Figure I.9(a)), elle ne traverse généralement pas cette dernière et les renforts ne sont donc pas endommagés. Au lieu de cela, la fissure change de direction et suit l'interface (Figure I.9 (b)). En d'autres termes, au lieu d'une rupture brutale, on observe plutôt une décohésion, c'est-à-dire un décollement progressif entre les renforts et la matrice. L'interface joue donc le rôle de fusible et rend les composites plus ductiles et plus tenaces, c'est-à-dire plus résistants à la rupture, que leurs constituants élémentaires. [5]



Lorsqu'une fissure atteint l'interface (a), elle est déviée (b).

Figure I.9 : Le rôle de l'interface sur la ténacité des composites.

I.4. Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant 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 : les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres.

a) Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux

CHAPITRE I

composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan. Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- ➢ la nature des constituants ;
- la proportion des constituants ;
- l'orientation des fibres ;
- Suivant le cahier des charges imposées.

b) Composites à particules

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules 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 charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporé dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures.

Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration. Ainsi, les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

I.4.2. Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer :

- a) Composites à matrice organique (CMO) (résine, charges), avec :
- des fibres minérales : verre, carbone, etc.
- des fibres organiques : Kevlar, polyamides, etc.
- des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.
- b) Composites à matrice métallique (CMM) (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :
 - des fibres minérales : carbone, carbure de silicium (SiC),
 - des fibres métalliques : bore,

 des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium (BorSiC).

- c) Composites à matrice minérale(CMC) (céramique), avec :
- des fibres métalliques : bore,
- des particules métalliques : cermets,
- des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique.

I.5. Architecture des composites

Les définitions suivantes sont utilisées pour comprendre les différentes architectures des composites [2].

- Renforts unidirectionnel : fibres disposées dans une seule direction ;
- tissu : assemblage de mèches entre calées ;

- renforts dispersés ou mats : fibres réparties aléatoirement sur une surface ;
- **pli** : nappe élémentaire dans la construction d'un stratifié ;
- **couche** : ensemble de plis identiques empilés avec la même direction.

Les composites **à fibres courtes** ou à particules sont généralement de simples "matrices chargées" aux propriétés améliorées, mises en forme selon les mêmes procédés que leurs matrices seules (du moins tant que la proportion de renforts n'est pas trop élevée). La conception et la fabrication de pièces utilisant ces matériaux ne présentent pas de signes distinctifs particuliers.

Les pièces composites **à fibres longues** possèdent généralement des structures bien particulières. Ces structures permettent au concepteur de mettre la matière là où on en a besoin, en optimisant l'orientation et la disposition des renforts en fonction du chargement subi par la pièce. En pratique, les pièces composites sont généralement réalisées à partir d'éléments structurels prêts à mettre en forme contenant un grand nombre de fibres, comme des fils à tisser ou des nappes à superposer. [2]

I.5.1. Les stratifiés

La stratification est une autre structure couramment rencontrée dans les pièces composites. Dans un stratifié, les fibres sont agencées en couches fines (quelques dixièmes de millimètre) nommées plis, qui sont empilées les unes sur les autres ; après la mise en forme, ces couches seront liées entre elles par l'intermédiaire de la matrice. Au sein d'un pli, les renforts peuvent avoir n'importe quel type de disposition, pourvu qu'elle soit plane :

- soit l'un des tissus plans décrits ci-dessus (Figure 10(a)), ce qui donne un comportement plus ou moins anisotrope selon la proportion de fils dans les deux directions;
- soit un mat : les fibres sont disposées "en vrac" sans orientation privilégiée sur quelques couches (Figure 10(b)), ce qui donne un comportement quasi-isotrope dans le plan ;
- soit un tissu unidirectionnel : les fibres sont disposées parallèlement les unes aux autres sur quelques couches (Figure 10(c)) et uniquement maintenues dans cette disposition par quelques fils de trame, ce qui donne un comportement fortement anisotrope [5].



(a)tissu plan (ici non équilibré), (b) mat, (c) unidirectionnel.

Figure I.10 : Dispositions possibles des fibres dans un pli.

I.5.2. Structures en sandwich

Les pièces composites tissées ou stratifiées sont généralement minces. Par conséquent, elles ne résistent efficacement qu'aux sollicitations en membrane, c'est-à-dire dans leur plan, et résistent mal aux sollicitations hors plan (flexion et torsion). Pour concevoir des pièces rigides en flexion et en torsion, une technique couramment employée est celle des structures en sandwich, constituées de deux peaux (généralement stratifiées) collées sur une âme épaisse mais légère, comme une mousse de polymères ou un nid d'abeilles, à l'aide d'adhésifs (Figure I.11). [5].



Figure I.11 : Une structure en sandwich (image NASA) et ses constituants.

La figure I.12 représente une comparaison des caractéristiques mécanique en flexion et des masses d'une plaque et deux sandwiches.

	t E	2t	4t
Rigidité relative	1.0	7.0	37.0
Résistance relative	1.0	3.5	9.2
Masse relative	1.0	1.03	1.06

Figure I.12 : Comparaison des caractéristiques mécaniques en flexion et des masses de trois structures : une plaque et deux sandwiches.

I.6. Avantages des matériaux composites

- Gain de masse ;
- Mise en forme de pièces complexes (principe du moulage) et réduction du nombre d'interfaces (boulonnage, rivetage et soudure sur structures métalliques);
- Grande résistance à la fatigue ;
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf en cas de contact entre de l'aluminium et des fibres de carbone);
- Insensibles aux produits chimiques "mécaniques " comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole. [6]

I.7. Inconvénients des matériaux composites

- Vieillissement sous l'action de l'eau et de la température ;
- Attention aux décapants de peinture qui attaquent les résines époxydes ;
- > Tenue à l'impact moyenne par rapport aux métalliques ;
- Meilleure tenue au feu que les alliages légers mais émission de fumées parfois toxiques pour certaines matrices ;
- Coût parfois prohibitifs (temps et coût études et mise en œuvre), le gain en coût est surtout valable pour des grandes séries. [6]

I.8. Généralités sur les composites verre/polyester

Les composites de grande diffusion à base de résine polyester insaturé renforcée par des fibres de verre sont largement utilisés dans de nombreuses applications du fait du faible coût des constituants de base et de leur facilité de mise en œuvre.

Les matériaux composites étudiés se présentent sous la forme d'un stratifié monolithique revêtu de gel-coat (résine non renforcée de protection). Ce stratifié consiste en l'empilement de plis, demi-produits de renfort surfacique de verre imprégnés de résine de structure.

Le rôle de la résine de structure (à base de résine polyester insaturé) est de lier les fibres (rôle de cohésion), et d'assurer la transmission des sollicitations. La matrice assure de plus la résistance du matériau dans le sens transverse au renfort, et protège les fibres du milieu environnant. Le renfort surfacique, tissé ou sous la forme d'un mat (fibres coupées) assure la résistance mécanique du matériau (traction, compression, fatigue). [7]
Ce type de matériaux est anisotrope, puisqu''il est conçu pour posséder des propriétés mécaniques élevées dans le sens des fibres de renfort.

La résine de structure peut comporter des charges de silice Si02 (2 à 4% en masse), afin d'améliorer la viscosité dans le cas d'enduction de parois verticales.

Le gel-coat, qui fait partie intégrante de la structure, est une résine polyester insaturé chargée en divers additifs afin de protéger le stratifié du milieu ambiant.

Le gel-coat a un rôle de protection :

- il sert de barrière à la progression de l'eau ;
- il doit résister aux rayonnements ultra-violets, à la chaleur
- il offre une protection contre les moisissures (adjuvants fongicides);
- il est auto-extinguible (il comporte des agents étouffant les flammes)

Des additifs supplémentaires peuvent être incorporés, parmi lesquels :

- des charges de silice ou d'alumine, pour la tenue à l'abrasion et la viscosité ;
- des plastifiants afin d'améliorer la flexibilité ;
- des pigments (organiques ou minéraux) pour colorer la résine.

CONSTITUANTS	TAUX MASSIQUE (%)	1
Silice SiO ₂	53-54%	
Alumine Al ₂ O ₃	14-15.5%	
Chaux CaO+Magnésie MgO	20-24%	
Oxyde de Bore B ₂ O ₃	6.5-9%	
Fluor F	0-0.7%	
Na ₂ O, ZrO ₂ , K ₂ O, Fe ₂ O ₃ , TiO ₂ (oxydes divers)	< 1%	

Tableau I.5 : Composition massique du verre de type E.

Des verres de type R, S (teneurs en Si02 plus élevée) conduisent à des fibres ayant de meilleures propriétés mécaniques, les verres de type D sont pour des applications spécifiques (diélectrique) (3,4). Le module d'élasticité du verre E est E=74 GPa et sa masse volumique ρ =2.54 g/cm³.

Deux types de renfort surfacique (2D) sont utilisés en construction navale : le tissu, caractérisé par son type de tissage (armure satin ...) et son grammage en g/m^2 , et le mat très utilisé en construction de plaisance (grammage en g/m^2) ; le mat est constitué de fibres courtes (<5 cm) liées entre elles par un liant. La couche de mat est usuellement employée comme "voile" intermédiaire entre le gel-coat et les plis tissés.

Les fibres de verre sont traitées chimiquement par un agent de couplage compatible avec la résine organique et avec la fibre minérale. Cet agent permet de créer des liaisons covalentes et est généralement à base d'organosilane.

Dans cette étude, le renfort tissé utilisé est quasi-unidirectionnel et conduit par conséquent à un matériau final anisotrope du point de vue mécanique, c'est à dire que ses propriétés ne sont pas identiques dans toutes les directions : les caractéristiques mécaniques sont plus élevées dans le sens des fibres que dans le sens transversal. [7]

I.9.Intérêt des composites en construction navale [8]

Absence de corrosion

La corrosion des structures métallique est une préoccupation ans constante dans la construction navale traditionnelle. Elle génère des couts de maintenances importants, doublés de longues et fréquentes périodes d'indispensabilité des matériels. Il est évident que les composites à matrices organiques n'étant pas corrodables, ils induisent des économies substantielles en termes de maintenance et de protection par peinture.

En outre, l'oxydation des métaux peut dans certains cas engendrer des problèmes de sécurité, comme par exemple dans les enceintes confinées.

Des incendies dramatiques ont malheureusement par le passé, illustré les risques liés à la consommation de l'oxygène dans des locaux telle que les soutes. Des tels accidents ne sauraient intervenir dans des structures en matériaux composites.

Vieillissement en milieu marin

Le vieillissement en milieu marin des composites à matrice organique est généralement très bon, même s'il existe une relative disparité suivant le type de matrice employée (nature chimique, degré de réticulation,...), la qualité du composite (taux de fibres, porosité, état de microfissuration,...) et même les conditions d'environnement et d'utilisation.

Le choix des résines et du procédé de fabrication qui conditionnent la qualité du composite, sont donc déterminants pour la tenue au vieillissement dans une ambiance marine.

Légèreté

La densité du composite varie évidemment en fonction de la nature des composants. Néanmoins, cette densité reste bien inférieure à celle des matériaux métalliques. A performances équivalentes, le gain de masse obtenu en réalisant la structure en composite n'est cependant pas dans le rapport des densités. Compte tenu des caractéristiques mécaniques généralement plus faibles, on estime ce gain entre 25 et 60 %.

Performances mécaniques

Si on les compare aux matériaux métalliques, les composites à matrice organique se caractérisent par des lois de comportement sensiblement différentes, une tenue en fatigue bien supérieure ainsi que des niveaux de modules d'élasticité généralement inférieures.

Résistance à rupture

Les composites sont par nature des matériaux anisotropes. Le degré d'anisotropie d'une structure est très variable et dépend uniquement des choix d'optimisation du concepteur, guidé par une analyse très fine des directions principales des contraintes dans la structure considérée. Les contraintes à rupture sont donc étroitement liées à la nature de leurs composants, au type de présentation des renforts, et leur mise en œuvre.

> Tenue en fatigue

Les composites à matrice organique présentes une résistance spécifique à la rupture en fatigue très supérieure à celle des matériaux métalliques, en général considérée comme 3 fois supérieure à celle des alliages à haute résistance et des alliages de titane.

> Faible conductivité thermique

Les composites à matrice organique conduisent faiblement la chaleur, notamment lorsqu'ils sont mis en œuvre sous la forme de sandwiches.

Forte résistivité électrique

Les composites à matrice organique et fibres de verre présentent une forte résistivité électrique. Cette propriété procure comme avantage la diminution des risques de corrosion galvanique et de court-circuit.

Facilité de mise en œuvre

Les composites offrent une grande souplesse de mise en œuvre ce qui permet d'une part de réaliser des structures de grandes dimensions et de géométrie complexes et d'autre part de modifier localement les performances en intégrant des fonctions ou en jouant sur la composition des matériaux.

I.10. Quelques procédés de fabrication

I.10.1.Moulage au contact

Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule (figure I.13) et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détourée. [4]





• Cas d'utilisation

- Procédé pour petites séries : de 1 à 1000 pièces / an
- Pièces de grandes à très grandes dimensions
- Revêtement sur supports divers.

Avantages Limites		tes	
Très larges possibilité	is de forme	٠	Une seule face lisse
• Pas de limite dimensi	onnelle	•	Nécessité de finition (détourage,
• Une surface lisse gel-	coatée (aspect,		perçage, etc.)
tenue à la corrosion)		•	Qualité tributaire de la main
Propriétés mécanique	s moyennes à		d'œuvre
bonnes		•	Faible cadence de production
• Investissements spéci	fiques très faibles		par moule
• Moules simples, peu	onéreux, rapides	•	Espace de travail important
à réaliser		•	Conditions de travail médiocres

Tableau I.6 : Avantages et limites du procédé de moulage au contact.

• Matières premières

-Renforts : mats, tissus de fibre de verre, de carbone ou d'aramide (taux de renfort volumique allant jusqu'à 35 % dans le cas du verre)

-Résines : polyesters, époxy, phénoliques, vinylesters.

-Divers : catalyseur, accélérateur, charges, pigments, agent de démoulage, acétone. [4]

I.10.2. Moulage par projection simultanée

Procédé manuel ou robotisé permettant la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables à température ambiante et sans pression (figure I.14). Les matières premières sont mises en œuvre à l'aide d'une machine dite "de projection" comprenant :

- un dispositif de coupe projection du renfort (roving)
- un ou deux pistolets projetant simultanément la résine

Les fils coupés et la résine sont projetés sur la surface du moule puis compactés et ébullés à l'aide de rouleaux et d'ébulleurs. La résine pré-accélérée est catalysée en continu lors de sa projection. [4]



Figure I.14 : Moulage par projection simultanée.

I.10.3. Moulage sous vide

Le moulage sous vide s'effectue entre moule et contre-moule rigide, semi-rigide ou souple suivant la technologie de mis en œuvre.

Le renfort (mat, tissu, préforme) est placé à l'intérieur du moule ; la résine catalysée est versée sur le renfort. On utilise la pression qui s'exerce sur le moule lors de la mise sous vide pour répartir la résine et imprégner le renfort.

La résine peut également être injectée par l'aspiration consécutive au vide. [4]

I.10.4. Moulage par injection basse pression de résine - RTM

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfert Molding) s'effectue entre moule et contre-moule rigides. Le renfort (mats, tissus) est disposé 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) à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte (figure I.15). Après durcissement de la résine, le moule est ouvert et la pièce démoulée. [4]



Figure I.15 : Moulage par injection basse pression de résine – RTM

I.10.5. Moulage à la presse à froid "voie humide" basse pression

Moulage à l'aide d'une presse à compression entre moule et contre-moule rigides en composite, initialement sans apport thermique extérieur.

Moule ouvert, le renfort (mat) est posé sur la partie inférieure du moule et la résine, dotée d'un système catalytique très réactif, est versé en vrac sur le renfort.

La fermeture du moule sous pression (2 à 4 bars) entraîne la répartition de la résine dans l'empreinte et l'imprégnation du renfort. Le durcissement de la résine est accéléré progressivement par l'élévation de température du moule due à l'exothermie de la réaction, ce qui permet un démoulage rapide (figure I.16).

Les performances du procédé peuvent être considérablement améliorées par l'usage de moules métalloplastiques, voire métalliques, et d'un système de régulation thermique basse température. [4]



Figure I.16 : Moulage à la presse à froid "voie humide" basse pression.

I.11. Conclusion

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure.

Il est important d'avoir les informations sur les dégradations des propriétés physicochimiques des matériaux composites en prenant compte des différents paramètres influençant. Pour se faire il est souhaitable d'étudier l'influence de l'environnement sur leur comportement mécanique, ce qui est le but du deuxième chapitre.

CHAPITRE II

Influence de l'environnement sur le comportement des composites

I.1.Introduction

L'analyse de l'influence des paramètres de l'environnement sur l'initiation des types de dégradation grâce à des tests de vieillissement accélérés à diverses températures. Ces paramètres sont propres aux matériaux (nature chimique des résines, des gel-coats et des renforts), à leur mise en œuvre (temps de polymérisation, température et humidité ambiantes), à l'environnement (eau de mer, eau distillée, exposition aux rayonnements ultra-violet, immersion unilatérale ou totale) et au chargement (contraintes statiques, pression hydrostatique).

II.2.Influence du vieillissement

On sait qu'au cours d'un vieillissement hygrothermique, la présence de molécules d'eau dans un matériau composite à matrice polymère peut notamment dégrader les liaisons à l'interface renfort-matrice et entraîner ainsi une dégradation irréversible des propriétés du composite. L'absorption d'eau par un composite à matrice organique dépend de plusieurs paramètres tels que :

- ✤ la nature des fibres et de la résine ;
- ✤ la disposition des fibres par rapport à la direction de diffusion ;
- l'écart de concentration en eau entre le composite et le milieu environnant.

Néanmoins, il est nécessaire de préciser que, malgré le développement d'applications avancées, subsiste un manque de connaissance important et de nombreux problèmes scientifiques et technologiques qui limitent et freinent leur pénétration industrielle : sensibilité à la température, au temps et à l'environnement.

Les mécanismes de vieillissement des composites sont très divers et varient en fonction du polymère, des conditions de vieillissement comme la température, l'humidité, la pression d'oxygène, mais aussi en fonction de l'état de référence (vitesse de refroidissement, contraintes internes), des conditions de mise en œuvre et en fin la géométrie du matériau lui-même. [9]

II.2.1. Généralités sur le vieillissement

a) Vieillissement naturel

Le vieillissement est une lente et irréversible évolution des propriétés structurales (physiques, chimiques, mécaniques) d'un matériau composite au cours de son utilisation. Le vieillissement pose dès lors le problème de la durabilité, c'est-à-dire de la durée de vie du matériau lorsque ses propriétés rapportées à une utilisation précise sont altérées.

Dans le cas d'une coque en contact avec l'eau de mer, subissant un "vieillissement en milieu marin", les cinétiques de dégradations sont régies par les cinétiques d'absorption d'eau dans le matériau ; la présence d'eau entraîne à terme des dégradations structurales réversibles et irréversibles [9].

b) Vieillissement accéléré

Afin d'effectuer des prévisions à long terme, un "vieillissement accéléré" est appliqué au matériau. Le paramètre d'accélération peut alors être la contrainte mécanique appliquée, le rayonnement, ou la température. En ce qui concerne la diffusion de l'eau et les processus de dégradations chimiques, le paramètre d'accélération retenu est généralement la température [9].

II.2.2.Comportement des structures composites exposées à un fluide

Les polymères et composites à base de résine polymérique ont des propriétés physicochimiques » très variables pouvant avoir une importance capitale sur la cinétique d'absorption des fluides.

En général, lorsqu'un solide entre en contact avec un fluide, de l'eau dans la plupart des cas, la cinétique commence par une absorption surfacique, puis le fluide se répand dans le volume du solide selon les lois de la diffusion. Ce phénomène est caractérisé par une prise de poids du solide au cours du temps. La diffusion est définie comme un phénomène de transport moléculaire dû à l'existence d'un gradient de concentration du solvant vers le polymère.

La cinétique d'absorption des fluides est très complexe, car ces derniers peuvent interagir avec les constituants du composite, ce qui rend la cinétique dépendante du type de fluide en contact, sa concentration et de sa structure [9].

II.2.3. Absorption d'eau dans les composites

L'effet de l'eau ou de l'humidité sur le vieillissement des composites à matrice organique polyester ou époxy a fait l'objet de nombreuses recherches.

La pénétration de l'eau entraîne en effet des dégradations réversibles et irréversibles affectant la durée de vie de ces matériaux. Il demeure donc essentiel de connaître au préalable les cinétiques d'absorption dans ces matériaux pour prévoir leur comportement. [7]

Processus d'absorption d'eau

On considère un solide plus ou moins poreux qui entre en contact avec un liquide, de l'eau dans la plupart des cas. A ce contact, le matériau absorbe de l'eau par ses surfaces, puis l'eau se répand dans le volume du solide selon les lois de la diffusion. Ce phénomène est l'absorption, qui est donc caractérisée par une prise de poids du solide au cours du temps. La diffusion se définie ainsi comme un phénomène de transport moléculaire dû à l'existence d'un gradient de concentration du solvant vers le polymère. Les mécanismes d'hydrophilie qui permettent la diffusion d'eau au sein du matériau sont décrits plus loin dans le paragraphe.

Les cinétiques d'absorption de fluide dans les polymères ont été étudiées depuis environ 150 ans, commençant certainement avec Fick (1855) [10], qui a établi ses équations par analogie entre phénomènes de transfert de chaleur par conduction et transfert de masse.[11]

Les polymères sont des matériaux complexes qui peuvent avoir des propriétés physicochimiques très variables. La nature de durcisseur peut par exemple avoir une importance capitale sur la cinétique d'absorption d'eau. Concernant un matériau composite, les fibres peuvent être de nature et d'arrangement très variable. La qualité de l'interface entre fibres et matrice qui en résulte peut être aussi de qualité plus ou moins bonne. Enfin, la complexité est accentuée par l'utilisation de fluides de différentes natures, qui interagissent de manière différente avec le polymère, les fibres et les interfaces fibres-matrice.

Nous présentons donc dans cette section les différentes cinétiques de diffusion d'eau que l'on peut retrouver pour ce type de matériau. [11]

a) Diffusion fickienne

Le modèle le plus simple pour la diffusion d'un solvant (espèce diffusante) dans un solide est donné par la loi de Fick (1855). Le gradient de concentration du solvant induit un flux $\varphi \overrightarrow{qui}$ lui est proportionnel. C'est donc le moteur de la diffusion. La vitesse de diffusion est caractérisée

par le coefficient de diffusion D. On a ainsi la première loi de Fick donnée par l'équation (II.1) suivante :

$$\phi = -D \operatorname{grad} C$$
 (II.1)

Où D : coefficient de diffusion du milieu en mm2/s ;

C : concentration du solvant au sein du milieu.

Le signe négatif indique que le flux est dirigé des zones à concentration élevée vers celles à concentration plus faible. [11]

La seconde loi de Fick fait intervenir le temps. On considère que l'eau pénètre librement et sans interaction avec les composants. Selon la loi de conservation de la masse, on a l'équation (II.2):

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \operatorname{div}(\varphi) \tag{II.2}$$

En combinant les équations (II.1) et (II.2), on obtient la seconde loi de Fick (équation II.3) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \operatorname{div} \left(\mathbf{D} \operatorname{\mathbf{grad}} \mathbf{C} \right)$$
(II.3)

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle suivant x, et que D est indépendant de la

concentration, on a : $\vec{\phi} = -D \frac{\partial C}{\partial t}$

$$\overline{\boldsymbol{\varphi}} = -\mathbf{D} \frac{\partial c}{\partial t}$$
(II.4)
$$\frac{\partial C}{\partial t} = \mathbf{D} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$
(II.5)

En fait, la diffusion fickienne est caractérisée par deux paramètres :

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

La solution de l'équation de diffusion (III.5) nécessite la connaissance de la géométrie du milieu ainsi que l'ensemble des conditions aux limites. Crank [12] a établi des solutions mathématiques de ces équations pour des géométries et des conditions aux limites variées.

Cependant, la diffusion dans des plaques minces est plus simple est moins lente, les matériaux composites sont élaborés le plus souvent sous forme de plaques. Une représentation en début d'absorption et qui s'incurve au moment de la saturation, quand le matériau se met en schématique de la courbe $\frac{M_t}{M_0} = f(\sqrt{t})$ est donnée par la figure (II.1). C'est une fonction linéaire équilibre avec l'environnement. [1]



Figure II.1 : Courbe d'absorption Fickienne.

b) Diffusion non fickienne

Dans de nombreuses circonstances, les cinétiques d'absorption d'eau de polymères ou composites à matrice polymère présentent des écarts par rapport au comportement Fickien, évoqué dans les paragraphes précédents. Les courbes schématiques données sur la figure II.2sont représentatives des différents cas rencontrés dans la littérature. [11].



Figure II.2 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickienne.

- La courbe (0) correspond au comportement fickien ;
- La courbe (1), qui est caractérisée par une augmentation continue de la prise de poids, correspond au cas « pseudo-fickien ».L'équilibre n'est jamais atteint ;
- La courbe (2) représente une cinétique de type Langmuir ;

- Le cas (3) correspond à une accélération rapide de l'absorption d'eau, qui est généralement accompagnée de déformations importantes, d'endommagements au sein du matériau ;
- Enfin le cas (4) présente une perte de poids du matériau, après une certaine durée de vieillissement. ce cas de figure peut être attribué à des dégradations physiques ou chimiques, à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymères et être évacués dans le solvant, ce qui explique la perte de matière et la baisse de la masse globale, malgré l'absorption d'eau.

En raison de la grande variété de structures moléculaires des polymères, et de la diversité des structures CMO (composite à matrice organique), il est difficile de suggérer des causes spécifiques pour les différents cas évoqués ci-dessus. Cependant, la synthèse des données de la littérature suggère que les cas (0) et (2), où le matériau parvient à une saturation en eau vis à vis du milieu environnant, se produisent généralement pour des conditions peu sévères : vieillissement en humidité relative ou en immersion à faible température. Les cas (3) et (4) correspondent eux plus fréquemment à des processus d'absorption dans des conditions plus sévères, en immersion, à des températures élevées (généralement au-dessus de 70°C) et parfois sous des contraintes externes élevées. [11]

c) Influence du taux d'humidité relative

Dans le cas où le matériau présente un niveau de saturation en eau Ms, on trouve en général une dépendance directe de Ms en fonction du degré d'humidité du milieu (HR%). La figure (II.3) illustre les variations de Ms en fonction de HR% pour trois matériaux composites différents et trois résines [1]. Ces courbes sont décrites par la relation :

$$Ms = a. (HR\%)^b$$
(II.6)

Avec :

a : constante dépendant de la nature du polymère ;

b : un exposant généralement voisin de l'unité.

Pour les matériaux composites (composites à matrice époxydiques renforcées par des fibres de carbone), b est proche de 1, et il est compris entre1.3 et 1.8 pour les résines. [11]



Figure II.3 : Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites carbone/époxyde et résines époxydes en fonction du degré d'humidité HR%.

Le degré d'humidité n'a pas d'influence sur la valeur du coefficient de diffusion, c'est à dire sur la vitesse de diffusion de l'eau. On considèrera donc que D est indépendant de la concentration d'eau et reste constant pour une température donnée. [11]

d) Influence de la température

Tous les auteurs confirment l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption. D'une part, la pente initiale des courbes d'absorption augmente avec la température. Ainsi, le coefficient de diffusion d'eau D est extrêmement sensible à la température ; il peut augmenter de deux ordres de grandeur pour une augmentation de température de 100°. Une valeur typique de D à température ambiante est de l'ordre de 10⁻⁷mm²/s pour une résine époxy.

L'absorption est thermiquement activée et on a une relation d'Arrhenius permettant de décrire la dépendance de D avec T (équation II.7) :

$$D = D_{o.} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$$
(II.7)

Où E_a : énergie d'activation de la diffusion ;

Do : constante (indice de perméabilité) ;

T: température d'essai ;

R: constante des gaz. (R= 8,314 J/mol.k).

D'autre part, la dépendance du niveau de saturation Ms avec la température, est beaucoup moins claire. Certains auteurs trouvent un niveau semblable pour différentes températures, alors que d'autres obtiennent un niveau qui augmente avec la température, ils constatent qu'en immersion et en humidité relative, la masse à saturation n'est pas fonction de la température de l'eau ou de l'air humide. On considère donc que M_s dépend essentiellement du degré d'humidité du milieu ambiant et dans une moindre mesure de la température et éventuellement de sollicitations mécaniques appliquées.

D'autre part, une température élevée va favoriser les phénomènes de reprise d'eau brutale et éventuellement de perte de matière, qui sont détaillés dans le paragraphe suivant. Il est cependant difficile de donner une température critique à partir de laquelle sont observés ces phénomènes. Cela dépend en particulier de la nature du matériau testé. [11]

II.2.4.Comparaison résine pure / résine renforcée (matériau composite)

La présence des fibres accélère la prise d'eau du matériau. Plusieurs auteurs, font part d'un comportement souvent Fickien pour les résines pures alors qu'il apparait des prises de poids brutales (liées à une fissuration qui entraîne une infiltration d'eau excessive) et/ou des pertes de matière pour le composite avec la même résine et dans les mêmes conditions d'essai. De plus, il peut apparaitre des dégradations pour les résines mais pour des conditions plus sévères que pour le composite. [1]

II.2.5.Interaction solvant-polymère

Après détermination des cinétiques d'absorption d'eau, nous avons essayé de déterminer et comprendre les effets de l'eau sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques du matériau. Nous cherchons d'une part à expliquer les écarts qui peuvent être observés entre les cinétiques d'absorption obtenues pour différentes conditions de vieillissement, également identifier l'évolution de plusieurs paramètres mécaniques au cours du vieillissement.

Enfin, il apparaît primordial de déterminer la part réversible ou irréversible des évolutions constatées.

Après avoir présenté les mécanismes d'hydrophilie qui gouvernent l'insertion et le déplacement des molécules d'eau au sein du matériau, nous détaillerons les particularités des différents types de vieillissement, physique et chimique. Ensuite, nous présenterons les évolutions de propriétés thermomécaniques, dues au vieillissement. [1]

Mécanismes d'hydrophile

La nature plus ou moins polaire d'un polymère (selon les groupes chimiques le constituant) lui confère naturellement une sensibilité particulière pour des solvants polaires comme l'eau. Cette sensibilité se traduit par la pénétration de molécules du solvant dans le polymère ; on parle d'absorption. En raison de l'absence de toute structure cristalline, l'espace entre les chaînes moléculaires est important comparé à la taille des molécules d'eau. Ces dernières peuvent se déplacer dans les interstices. De plus dans les composites, leur déplacement est facilité par les porosités et les défauts de cohésion qui peuvent apparaître aux interfaces fibre-matrice.

L'hydrophilie se caractérise en pratique par la teneur massique en eau que le matériau peut atteindre à l'équilibre dans un milieu isotherme et à taux hygrométrique constant. Dans la littérature, on trouve en général deux approches du mécanisme d'hydrophilie, qui peuvent être combinées : l'approche « volumique » et l'approche mettant en jeu des interactions entre polymère et molécules d'eau grâce aux liaisons hydrogène. [1]

Au sein d'un stratifié verre/résine, l'eau peut pénétrer suivant différents mécanismes : diffusion à l'intérieur de la résine (par interaction ou dans le volume libre), diffusion dans les défauts présents dans la matrice (vides, porosités, fissures) ou capillarité le long de l'interface fibre/matrice. Vis à vis des chaînes macromoléculaires d'une résine thermodurcissable la molécule d'eau est petite. Elle a une forte tendance à former des liaisons hydrogène soit avec ses propres molécules soit avec d'autres groupes polaires. Au niveau chimique, l'absorption d'eau d'une résine sera alors fonction de la polarité de sa structure moléculaire, de son degré de réticulation ou de la présence d'espèces hydrophiles. Par ailleurs, la salinité de l'eau peut modifier la diffusion. Des essais réalisés pour comparer les cinétiques d'absorption en eau douce et en eau de mer ont montré que les essais en eau douce sont plus « agressifs » que ceux réalisés en eau de mer. De même Springer et al ont, en effet, remarqué que la quantité d'eau absorbée à la saturation diminue lorsque la concentration en NaCl dans l'eau augmente. Cela s'explique par la formation de cluster « constitués de plusieurs molécules d'eau liées entre eux par des liaisons hydrogènes » dans l'eau salée dont le volume spécifique est supérieur à celui de l'eau libre. Autrement dit, l'eau distillée est un environnement plus sévère pour le vieillissement des composites à matrices organiques car les molécules d'eau diffusent plus librement [1].

a) Approche structurale

Suivant la polarité des groupements chimiques constituants le polymère, ce dernier sera plus ou moins susceptible d'absorber de l'eau. On peut classer les groupements suivant leur polarité :

- Les groupements très peu polaires sont les groupements hydrocarbonés comme -CH-,
 -CH2,-CH3, les cycles aromatiques,
- les groupements modérément polaires sont : -O-, -O=C-, -O=C-O-, -C=N,
- les groupements polaires sont ceux susceptibles de créer une liaison hydrogène avec l'eau : -O=C-NH-, -O=C-OH, -OH, -NH-.

Il peut y avoir une coopération de deux groupements hydrophiles pour fixer une molécule d'eau (Fig. II.4). [1]



Figure II.4 : Mobilisation d'une molécule d'eau par deux groupements polaires.

b) Approche volumétrique

Le « volume libre » est assimilé à la place laissée entre les molécules et non occupée par les vibrations des atomes les constituants. En simplifiant le concept de volume libre, cette approche évoque la présence possible de molécules d'eau dans les volumes disponibles entre les chaines macromoléculaires du réseau tridimensionnel. [1]

II.2.6.Mécanismes de dégradation

La diffusion de l'eau est à l'origine du vieillissement des matériaux et leur dégradation fait intervenir une grande plage de phénomènes physiques et chimiques

a) Vieillissement physique – plastification

Les molécules d'eau peuvent s'insérer dans le réseau tridimensionnel en brisant les liaisons secondaires, type van der Waals ou liaisons hydrogène, entre les groupes polaires des chaînes macromoléculaires voisines. Les groupes polaires du polymère vont se lier préférentiellement à une molécule d'eau. La rupture des liaisons entre les chaînes, qui assuraient en bonne partie la rigidité du matériau, va permettre une augmentation de mobilité des chaînes ou des segments de chaînes macromoléculaires. On parle dans ce cas de plastification. Cette mobilité accrue va affecter les propriétés mécaniques et physico-chimiques du polymère. Les propriétés en traction ou cisaillement sont les plus étudiées (module d'Young et de cisaillement) pour l'aspect mécanique, ainsi que l'évolution de la température de transition vitreuse Tg. Dans la majorité des cas, une diminution du module d'Young et du module de cisaillement est constatée ainsi qu'une baisse de Tg. Le phénomène est réversible. [11]

La plastification s'accompagne aussi de gonflements, qui dans le cas des composites, peuvent être responsables de décohésions fibre/matrice. Ce gonflement peut aussi intervenir lorsque la cinétique de diffusion du solvant crée des gradients de concentration. [11]

b) Vieillissement chimique

Certaines études ont montré que la masse d'un échantillon peut augmenter continuellement lorsque celui-ci est placé dans un environnement très humide. La modification de certaines bandes d'absorption en infrarouge du polymère a amené certains auteurs à supposer un mécanisme de dégradation du polymère : l'hydrolyse (figure II.5). Au cours de l'absorption, les molécules d'eau peuvent remplacer les liaisons hydrogène déjà existantes par des liaisons hydrogène enter l'eau et le polymère.

Le résultat de ces interactions chimiques à long terme est la dégradation de la résine et de l'interface par hydrolyse. Celle-ci est activée thermiquement et est susceptible d'être catalysée par divers agents chimiques : ions OH⁻, H⁺, métaux de transition, d'où l'influence de la composition du milieu réactionnel dans le vieillissement. Le greffage d'eau sur les chaînes macromoléculaires se caractérise par une masse de l'échantillon après séchage supérieure à sa masse initiale.

Figure II.5 : Réaction d'hydrolyse.

Où : =X-O- (polyesters, époxy durcis par anhydrides).

Il peut y avoir aussi des coupures de chaînes entre nœuds de réticulation et ainsi création de fragments de chaînes macromoléculaires se retrouvant libres dans le réseau et pouvant diffuser vers le milieu extérieur (figure II.6). On parle dans ce cas de lessivage. Il se crée alors un volume libre qui peut accueillir des molécules d'eau supplémentaires. Ce lessivage peut être mis en évidence directement par gravimétrie en absorption de solvant (augmentation puis diminution de la masse globale de l'échantillon). [11]



Figure II.6 : Processus de coupure statistique des squelettes macromoléculaires.

II.2.7.Effets de l'humidité sur les fibres de verre

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

La plupart des auteurs considèrent finalement la dégradation des fibres au sein d'une résine comme négligeable. En tout cas, les pertes de propriétés (dues à l'eau) dans le sens des fibres sont négligeables par rapport à celles dans les autres directions, qui sont plus sensibles aux qualités de la résine ou de l'interface. [11]

II.2.8.Effets du vieillissement sur l'évolution des propriétés thermomécaniques

Après la connaissance des cinétiques d'absorption d'eau et des mécanismes physicochimiques mis en jeu lors du vieillissement, notre travail s'est également intéressé aux conséquences de la diffusion d'eau dans le matériau. Il est en effet primordial de connaître, au cours du vieillissement, l'évolution de propriétés thermomécaniques, telles que la température de transition vitreuse, les propriétés élastiques, les propriétés à rupture. [11]

a) Évolution de Tg

La transition vitreuse est une des caractéristiques les plus importantes des polymères, pendant laquelle le matériau passe progressivement d'un état vitreux (rigide) à un état caoutchoutique.

La température de transition vitreuse Tg est fortement influencée par la composition, l'état de cuisson de la résine mais aussi par des facteurs extérieurs telle que la présence de liquide dans le réseau moléculaire.

Une décroissance de 20°Cde Tg par pour-cent d'eau absorbée a été rapportée par plusieurs auteurs dans certains systèmes polyester insaturé. Cette chute de Tg est expliquée par l'effet plastifiant de l'eau dans la matrice, qui augmente la mobilité moléculaire (Figure II.4.) et permet donc un changement de conformation des chaînes macromoléculaires à des températures inférieures à celles du matériau sec. Les réactions par coupure de chaîne (hydrolyse), impliquent aussi une baisse de Tg. [11]



Figure II.7 : Plastification par un solvant.

b) Évolution des propriétés mécaniques

Les différents effets de l'eau sur le matériau ont également des conséquences sur les propriétés mécaniques. L'influence de l'humidité sur le comportement mécanique des composites est assez complexe. Pratiquement chaque propriété du matériau est susceptible d'être affectée par un vieillissement humide. [11]

• Évolution des propriétés en flexion

Les variations des propriétés de flexion suite à un vieillissement en milieu marin ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Perrot [13] a effectué des essais de flexion 3 points sur quatre types de résines renforcées. Après 9 mois de vieillissement en eau de mer à trois températures différentes 20°C, 40°C et 60°C. Il a observé une baisse de contrainte apparente de rupture pour les échantillons vieillis à 20°C : 12% à 22% selon le type de résine. A 40°C, la baisse est comprise entre 24% et 29% et elle se situe entre 47% et 60% pour 60°C. Pour les trois températures (figure II.8), il a constaté que l'essentiel de la chute de la contrainte de rupture se produit durant les deux premiers mois de vieillissement.

Avec :

SO1 : Polyester orthophtalique standard.

LS2 : Polyester orthophtalique.

LES2 : Polyester isophtalique.

SV2 : Vinylester standard.





Figure II.8 : Évolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en fonction de la température d'immersion.

II.2.9. Évolution des propriétés après séchage

Lebel [14] a rapporté que le séchage des composites vieillis par immersion peut engendrer la récupération en partie de certaines caractéristiques. L'auteur, en effectuant un séchage de 1500heures à 65°C de composites verre/ polyester recouverts de gel-coat vieillis en immersion dans de l'eau douce à 65°C pendant 1500heures, a constaté que les composites ont pu retrouver une bonne partie de la résistance de l'interface fibre / matrice et une partie des propriétés en flexion. De plus, il a enregistré une augmentation de température de transition vitreuse (Tg).

II.2.10. Corrélation entre vieillissement naturel et accéléré

Afin de s'assurer de la résistance au vieillissement des composites, de nombreux travaux ont été réalisés. Gutierrez et al [15] ont entrepris des essais de vieillissement naturel (21 ans) sur des résines polyesters et époxy avec différents types de renforts. Ces essais permettent de décrire dignement le comportement du matériau, mais une durée aussi longue reste l'inconvénient majeur. C'est pourquoi des essais de vieillissement accélérés furent menés en parallèle dans différents environnements (eau bouillante, eau de mer naturelle et synthétique et en eau douce) à des températures variant de 20°C à 70°C pour des durées allant de 4 heures jusqu'à 8000 heures. Pour le polyester, ils ont observé une symétrie très nette entre vieillissement naturel et accéléré. Ainsi, ils ont constaté que 1000 heures de vieillissement accéléré provoquent la même dégradation que 15 ans en conditions naturelles (Figure II.9). [1]



Figure II.9 : Courbe de vieillissement « échelle semi -logarithmique »

II.2.11. Observations microscopiques des défauts crées au cours du vieillissement

Afin de mieux identifier les modes de dégradations du matériau en présence d'humidité, il est intéressant de réaliser des observations microscopiques. Plusieurs auteurs ont ainsi observé au microscope électronique à balayage (MEB) des faciès de rupture d'échantillons vieillis en milieu humide et les ont comparés à ceux d'échantillons non vieillis. [11]

II.3.influence de la température

Les composites résultent de l'association de deux constituants, fibres et matrices, dont les propriétés sont très diverses, créent une hétérogénéité de comportement. Lorsque ces composites sont soumis à des variations de température, les différences de coefficient de dilatation entre les fibres et la matrice et entre les couches d'orientation différentes de l'empilement sont telles que des contraintes résiduelles sont générées dans le matériau. En effet, l'apparition des contraintes internes se produit dès l'élaboration, car avant le cycle de polymérisation, la matrice très fluide ne supporte pas d'efforts et le composite est initialement dans un état libre de contraintes. Cependant, plus le phénomène de réticulation est avancé, plus la viscosité de la matrice augmente, et se produit un retrait susceptible de générer des contraintes lorsque la température décroit de Tg à la température ambiante.

Une surexposition thermique fonctionnelle ou accidentelle peut également contribuer à dégrader le matériau bien avant qu'il ne soit soumis à des sollicitations mécaniques. Cette dégradation touche la matrice et, plus particulièrement, son interface avec les fibres. Les paramètres tels que la fraction volumique, l'orientation des fibres et l'épaisseur, jouent un rôle très important dans la propagation de l'endommagement. [16]

Lorsque les matériaux composites stratifiés dégradés thermiquement sont soumis à des sollicitations mécaniques, trois types d'endommagement peuvent apparaître :

- des fissures matricielles ;
- des délaminages entre couches d'orientation différentes ;
- des ruptures à l'interface fibre/matrice.

Ces endommagements sont schématisés par la figure II.10

Le processus de décohésion fibre/matrice peut être observé à une échelle fine au microscope électronique à balayage MEB, les photos permettent de bien visualiser des ruptures d'interface fibre/matrice.[16]



Figure II.10 : Endommagement sur un stratifié soumis à des sollicitations thermiques.

II.3.1.Évolution thermomécanique des composites

Yu Bai [17] a étudié le comportement du composite verre/ UP à des températures modérées élevées (20-220 °C) utilisant des essais de traction à chaud. Il a constaté une diminution progressive de la contrainte à la rupture pour les températures inférieures à 100°C, (une perte d'environ 18% entre 20° et 100°).pour les températures supérieures à 100°, il a constaté une chute de la contrainte à la rupture (perte d'environ 80%à 220°).

Quant à Perrot [15], il a constaté que les caractéristiques à la rupture ainsi que l'allure de la courbe de comportement des stratifiés verre/polyester dépendent fortement de la température de sollicitation (figure II.11). [16]



Figure II.11 : Courbe de traction en température du composite verre/polyester.

II.4.CONCLUSION

L'étude des matériaux composites à matrice organique en vieillissement dans différents milieux (eau de mer, eau de robinet et eau de javel) nous donne des informations sur les mécanismes de dégradations des propriétés physico-chimiques de ces derniers, en prenant compte de l'effet des paramètres influençant. Pour connaitre d'avantage ces matériaux, il est souhaitable d'étudier leur comportement mécanique et leur endommagement, on fait appel aux essais mécaniques qui sont l'objet du chapitre subséquent.

Chapitre III

Essais mécaniques

III.1. Introduction

La connaissance des caractéristiques mécaniques d'un matériau composite et sa structure permet de comprendre son comportement en service ; afin de caractériser celui-ci dans des conditions bien précises, nous avons recours à un certain nombre d'essais. Car toute conception d'une nouvelle structure nécessite une connaissance du comportement mécanique des matériaux utilisés ainsi que leurs propriétés mécaniques.

III.2. Essais mécaniques

Effectués en laboratoire ou sur le terrain, ils apportent des renseignements précis et fiables sur les performances d'un matériau. Il en existe un grand nombre qui sont réglementés par des normes internationales pour la plupart.

A partir des essais mécaniques, l'ingénieur mécanicien pourra connaitre le comportement mécanique des matériaux utilisés pour fabriquer divers structures.

Ces essais sont des expériences permettant de donner des valeurs numériques concernant la façon dont la matière réagit dans certaines conditions fixées par les normes. Ils ont pour but de caractériser ou d'évaluer numériquement les propriétés des matériaux. [18].On distingue essentiellement deux types d'essais :

- Essais sur éprouvettes modèles (micromécanique) ;
- Essais sur des produits finis (composites de structure).



Figure III.1 : différents types d'essais mécaniques.

III.2.1.Essais sur produits finis

Ce sont des essais réalisés sur des éprouvettes normalisés d'un matériau fini dans le but de connaitre les caractéristiques fonctionnelles d'un matériau composite et son comportement en service.

III.2.1.1. Essais statiques

a) Essai de traction

Essai le plus classique, il consiste à exercer sur une éprouvette normalisée (pièce de dimensions normalisées fabriquée dans le matériau à tester), cylindrique ou parallélépipédique (plate), deux actions mécaniques et opposées qui vont la déformer progressivement puis la rompre. [19]

Cet essai permet de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité σ_{e} , limite à la rupture σ_{r} , le module de Young E, le coefficient de poisson v ainsi que la contrainte maximale de traction $\sigma_{tr max}$. [18]

Les éprouvettes sont soumises à des extensions progressive dans le sens de :

- Longueur des fibres (traction longitudinale) ;
- Perpendiculaire aux fibres (traction transversale);
- L'angle de 45° par rapport à la direction des fibres (traction hors axes).

Traction longitudinale

Dans ce cas de traction, la charge F_1 est exercée suivant la direction des fibres (composite unidirectionnel) ou suivant la direction de chaine (composite tissu) sur la section droite S_1 du matériau (figure III.2). [18]



Figure III.2 : Traction longitudinale.

- La contrainte normale σ_{11} est donnée par :

$$\sigma_{11} = \frac{F_1}{S_1} \tag{III.1}$$

- Les déformations longitudinales et transversales sont données par :

$$\varepsilon_{11} = \frac{\Delta l_1}{l_1} \tag{III.2}$$

$$\mathcal{E}_{22} = \frac{\Delta l_2}{l_2} \tag{III. 3}$$

- Le module longitudinal \mathbf{E}_{L} et le coefficient de poisson \mathbf{V}_{LT} sont ensuite calculés respectivement à partir des expressions suivantes :

$$E_{L} = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}}$$
(III.4)

$$\mathbf{V}_{\mathrm{LT}} = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} \tag{III.5}$$

Traction transversale

Dans ce cas de traction, la charge F_2 est exercée suivant la direction transverse aux fibres ou suivant le sens des trames sur la section droite S_2 (figure III.3). [18]



Figure III.3 : traction transversale.

- La contrainte normale σ_{22} est donnée par :

$$\boldsymbol{\sigma}_{22} = \frac{F_2}{S_2} \tag{III.6}$$

- Le module de Young transversal E_T et le coefficient de poisson V_{TL} sont calculés respectivement par les relations suivantes :

$$E_{\rm T} = \frac{\sigma_{22}}{\varepsilon_{22}} \tag{III.7}$$

$$\mathbf{V}_{\mathrm{TL}} = \frac{-\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{22}} \tag{III.8}$$

Traction hors axes (essai de traction à 45°)

L'essai de traction hors axes est utilisé pour mesurer le module de cisaillement G_{LT}, c'est un essai effectué à 45° de la direction des fibres. La charge F est exercée suivant la direction X sur la section S. (figure III.4). [18]



Figure III.4 : Traction hors axes.

Lors d'un essai de traction hors axes sur composites unidirectionnels, le matériau subit un état de contrainte planes (contraintes longitudinales ; transversales et de cisaillement). La contrainte normale σ_{xx} est donnée par :

$$\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{xx}} = \frac{F}{S} \tag{III.9}$$

- Le module de Young dans la direction x s'exprime par :

$$E_{45} = E_x = \frac{\sigma_{XX}}{\varepsilon_{XX}}$$
(III.10)

Ce module s'exprime par : EL

$$\frac{1}{E_X} = \frac{1}{E_{45}} = \frac{1}{4} \left(\frac{1}{E_L} + \frac{1}{E_T} + \frac{1}{G_{LT}} - 2 \frac{v_{LT}}{E_L} \right)$$
(III.11)

- Le module de Young longitudinal est donné par :

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_L} + \frac{1}{E_T} + 2\frac{v_{LT}}{E_L}$$
(III.12)

La figure III.5 représente des éprouvettes découpées avec des angles différents par rapport à la direction des fibres pour l'essai hors axes. [20]



Figure III.5 : obtention des éprouvettes unidirectionnelle et hors axes dans la plaque.

Remarque

Il est nécessaire de bien veiller à ce que, lors d'un essai de traction longitudinale, la direction de la charge coïncide réellement avec la direction des fibres. Un désalignement, même faible, peut entraîner, dans le cas d'un composite unidirectionnel, des valeurs mesurées nettement plus faible que les valeurs réelles du module de Young longitudinal. Ce phénomène n'est pas aussi critique dans le cas d'un essai de traction transversal. [20]

b) Essai de compression

L'essai consiste à appliquer, à vitesse constante, un effort de compression sur une éprouvette disposée verticalement. [20]

Mais pour cet essai, la résistance du matériau composite unidirectionnel dépond de multiples fonctions telles que la fibre, la matrice, la résistance inter-faciale et le taux de vide. [18]

La contrainte à rupture en compression est définie par la formule suivante :

$$\boldsymbol{\sigma}_{r} = \frac{F_{r}}{l.h}$$
(III.13)

Avec :

- $F_{r:}$ charge à la rupture ;
- *l* : longueur de l'éprouvette ;
- h : épaisseur de l'éprouvette.

c) Essai de flexion

Les essais de flexion sur composites sont réalisés suivant les normes T 57- 105, T 57-302, ASTM D 790, JIS K 7074 ou futures normes EN ISO 14125. Ces essais sont largement utilisés dans les milieux industriels en raison de leur simplicité. Cependant, la flexion n'engendre pas un état de contrainte simple (ou pur) au sein des matériaux testés : les contraintes de traction sont maximales dans la partie convexe, les contraintes de compression sont maximales dans la partie concave et les contraintes de cisaillement sont maximales sur l'axe neutre de l'éprouvette. De ce fait, en fonction de l'élancement de l'éprouvette (rapport de l'épaisseur sur la distance entre appuis) – qui gouverne le rapport contraintes normales (traction/compression) / contraintes de cisaillement – et en fonction des résistances en

traction, compression et cisaillement du matériau, l'un ou l'autre des trois modes de rupture peut être obtenu. Trois types d'essais de flexion se proposent :

- Essai de flexion trois points ;
- Essai de flexion quatre points ;
- Essai de flexion par flambement (permet de remédier aux problèmes soulevés par les contraintes locale). [20]

Le principe de cet essai consiste à déformer un barreau rectangulaire reposant sur deux appuis et d'un poinçon (ou panne) situé à égale distance et se déplaçant à vitesse constante. [18].

• Essai de flexion trois points

Les essais de flexion trois sont menés dans des conditions précisées (figure III.6) sur des barreaux rectangulaires dont les dimensions sont normalisées.



Figure III.6 : Essai de flexion trois points, selon EN ISO 14125.

[Rayon de <i>pannes</i> (mm)]		
R ₁	5 – 0,2	
R_2 pour $h \le 3$ mm	2 – 0,2	
R_2 pour $h > 3$ mm	5 – 0,2	

Figure III.7 : Rayon de pannes en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.
Avec :

- F : charge appliquée (en newtons) ;
- L : distance entre appuis ;
- h : épaisseur ;
- b : largeur ;
- l : la distance totale de l'éprouvette ;
- R2 : rayons des cylindres d'appuis ;
- R1 : rayon de cylindre de la panne.

Dans cet essai on a :

• Le module de flexion :

$$E_{f} = \frac{L^{3}}{4bh^{3}} \frac{F}{W}$$
(III.14)

• La contrainte normale de flexion :

$$\boldsymbol{\sigma}_{f} = \pm \frac{3FL}{2bh^{2}} \tag{III.15}$$

• La déformation en surface :

$$\mathcal{E} = \frac{6.W.h}{L^2}$$
(III.16)

• La contrainte de cisaillement :

$$\tau = \frac{3F}{4bh} \tag{III.17}$$

Avec :

- F: charge (en newtons);
- L : distance entre appuis ;
- h: épaisseur ;
- b : largeur ;
- w : flèche de l'axe neutre.

On notera cependant que les contraintes normales sont fonction de la distance entre appuis, ce qui n'est pas le cas de la contrainte de cisaillement. En pratique, lors des essais de flexion, il est donc possible de privilégier un mode de rupture par rapport à l'autre en jouant sur la distance entre appuis [21]. Par exemple, pour des composites à fibres de verre type I ou II, on aura :

- Pour L/h > 16, rupture en traction-compression ;
- pour L/ h < 5, rupture en cisaillement inter-laminaire. [21].

• Essai de flexion quatre points

Pour éviter l'influence des contraintes de cisaillement (sur la déformée et le mécanisme de rupture) qui se superposent aux contraintes normales de flexion, on utilise quelques fois la méthode de flexion quatre points pour laquelle l'effort tranchant est nul dans la zone des contraintes maximales. La figure III.8 présente le montage d'essai utilisé, sachant que les diamètres des appuis sont les mêmes que ceux retenus en flexion trois points. [21].



Figure III.8 : Essai de flexion quatre points, selon EN ISO 14125.

Comme précédemment pour la flexion trois points, la contrainte normale, le module et la déformation ainsi que la contrainte de cisaillement s'expriment respectivement par :

$$\boldsymbol{\sigma}_{f} = \frac{FL}{bh^{2}}$$
(III.18)

$$E_{f} = \frac{0.21 L^{3}}{bh^{3}} \frac{F}{W}$$
(III.19)

$$\mathcal{E} = \frac{4,7 \text{ W.h}}{L^2} \tag{III.20}$$

$$\mathbf{\tau} = \frac{3 F(l-L)}{2 b h^2} \tag{III.21}$$

L : distance entre les appuis.

Avec les mêmes notations que précédemment. Bien que cet essai semble séduisant a priori, d'autant plus que la charge est répartie en deux points au lieu d'un seul, ce qui réduit les risques de poinçonnage. [21].

• Essai de flexion par flambement

L'essai de flexion par flambement est de plus en plus utilisé pour la caractérisation du comportement en flexion des matériaux composites (Unidirectionnels, stratifiés, tissés...). Il a été proposé par rapport à l'essai de flexion trois ou quatre points, Il présente l'avantage de ne pas impliquer de contact dans les zones où la flexion est maximale. Il permet ainsi de s'affranchir des dégradations parasites provenant de la concentration de contrainte au contact.

La figure III.9 montre le schéma de principe de l'essai de flexion par flambement.



Figure III.9 : Schéma de principe de l'essai de flambement.

L'essai consiste à imposer à une éprouvette parallélépipédique articulée à ses deux extrémités une sollicitation de compression axiale. Pour une éprouvette élancée, une instabilité élastique se produit bien avant qu'une dégradation sous l'effet des contraintes de compression n'apparaisse. Cette instabilité se traduit par un fléchissement de grande amplitude au-delà d'un seuil caractérisé par la charge critique. L'analyse de la répartition des efforts intérieurs, montre clairement les avantages de l'utilisation de cette méthode :

- ✓ la section centrale de l'éprouvette est la plus fortement sollicitée en flexion.
 Elle est exemptée de sollicitation de cisaillement liée à l'effort tranchant ;
- ✓ le moment de flexion est nul aux extrémités de l'éprouvette. Il n'y a donc pas de risque de rupture liée à un moment d'encastrement. [22]

d) Essai de cisaillement

Ils sont très importants pour des matériaux sensibles aux contraintes de cisaillement, mais sont malheureusement souvent difficiles à mettre en œuvre et à exploiter. Il y a lieu de distinguer :

- > Le cisaillement perpendiculaire au plan des couches (inter-laminaire)
- ▶ Le cisaillement dans le plan des couches (intra-laminaire). [21].

e) Essai de dureté

La dureté, de symbole général H, caractérise la capacité d'un matériau à résister au marquage (empreintes, rayures. . .).S'il y résiste bien, il est dit dur, sinon il est dit mou.

Elle peut être évaluée en mesurant une empreinte laissée en surface par un poinçon agissant sous l'action d'une force connue (essais Brinell, Vickers et Rockwell) mais aussi par une hauteur de rebondissement d'un objet très dur sur la surface à tester (essai Shore pour élastomères et plastiques). [19]

On parlera alors de :

• Dureté Brinell (symbole HB)

L'essai consiste à faire pénétrer en appliquant une force \mathbf{F} (un pénétrateur ayant une forme de bille diamètre \mathbf{D}), généralement du carbure poli, dans un métal afin d'en déduire la dureté du matériau. Figure III.10.



Figure III.10 : Principe de la dureté Brinell.

La surface doit être plane et nettoyée (sans lubrifiant, oxyde ou calamine). Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration de la bille ne déforme pas le matériau. Dans le cas contraire, la mesure ne serait pas fiable. Il faut une épaisseur d'au moins huit fois la profondeur h de l'empreinte. [19]

$$HB = \frac{2 \cdot m}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

$$HB = Dureté Brinell.$$

$$m = Masse appliquée. [Kgf], 1 [kgf] = 9,806 65 [N]$$

$$D = Diamètre de la bille. [mm]$$

$$d = Diamètre de l'empreinte laissée par la bille. [mm]$$

• Dureté Vickers (HV)

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . (Figure III.11) L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d₁ et d₂ de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d₁ et d₂. C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. [19]

$$\mathrm{HV} = \frac{2F \cdot \sin(\frac{136^{\circ}}{2})}{g \cdot d^2}$$

HV = Dureté Vickers. F = Force appliquée [N]

- d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]
- g = Accélération terrestre. [m s⁻²] (9.80665)



Figure III.11 : Principe de la dureté Vickers.

Le degré de dureté, noté H_V , est ensuite lu sur un abaque (une table) ; il y a un abaque par force d'appui.

• Dureté Rockwell (HV)

Les essais de dureté Rockwell sont des essais de pénétration. Il existe en fait plusieurs types de pénétrateurs qui sont constitués d'un cône en diamant ou d'une bille en acier trempé polie. Pour obtenir une valeur de dureté Rockwell, on mesure une pénétration rémanente du pénétrateur sur lequel on applique une faible charge.

L'essai se déroule en trois phases :

- application sur le pénétrateur d'une charge initiale F₀= 98 N (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I. Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesure la dureté Rockwell ;
- application d'une force supplémentaire F1. Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur P ;
- relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement.

La valeur de r étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force F₁.

La valeur de dureté est alors donnée par la formule suivante :

- Échelle B, E et F: HRB = 130 r
- Échelle C : HRC = 100 r



Figure III.12 : Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier).

Une unité de dureté Rockwell correspondant à une pénétration de 0,002 mm. [19]

III.2.1.2. Essais dynamiques

a) Essai de résilience

La résilience, de symbole général K, caractérise la capacité d'un matériau à absorber les chocs sans se rompre. Ce risque est amplifié aux basses températures. Elle est mesurée sur des machines du type Charpy (éprouvette sur deux appuis) ou Izod (éprouvette encastrée). L'essai, qui est un essai comparatif entre matériaux, mesure l'énergie qu'il faut fournir à un pendule pesant pour briser une éprouvette entaillée du matériau à tester. [19] (Figure III.13) L'énergie absorbée par l'éprouvette (W) est égale à la différence des énergies potentielles du pendule entre le début (Wo = P.h_o) et l'arrivée (W1 = P.h₁) :

$$W = P.ho - P.h1 = P(ho - h1)$$
 (III.22)



Figure III.13 : Principe de l'essai de résilience

La résilience est égale au rapport de W sur l'aire de la section au droit de l'entaille.

Deux cas : K_{CU} ou $K_{CV} = \frac{W}{s_0}$ (III.23)

b) Essai de fatigue

On entend par fatigue ou endommagement par fatigue, la modification des propriétés du à l'application de cycle d'effort dont la répétition peut conduire à la rupture.

L'étude de ce phénomène est d'une grande importance car la contrainte de rupture en fatigue est très inférieure à celle de la rupture en traction, pour certains matériau, cette contrainte peut même être inférieure à celle de la limite élastique. [9]

Il y a trois types d'essai de fatigue : traction compression, torsion alternée et flexion alternée(le plus classique) et flexion pure alternée.

Dans cet essai on a :

- L'amplitude maximale de la contrainte :

$$\boldsymbol{\sigma}_{a} = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}$$
(III.24)

- La valeur moyenne de la contrainte :

$$\boldsymbol{\sigma}_{\rm m} = \frac{\sigma_{\rm max} + \sigma_{min}}{2} \tag{III.25}$$

- Le rapport des contraintes maximales et minimales (R)

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$$
(III.26)

Paramètres influençant sur la tenue en fatigue

Les paramètres les plus influençant sont liés au matériau, au chargement et à l'environnement. La figure III.14 montre bien cette influence.





A. Les paramètres liés au matériau peuvent être classés en deux groupes

- Les composants d'un matériau composite (matrice et renfort) ;
- Les conditions de mise en forme.

- **B. Les paramètres liés au chargement Sont** : le mode et l'amplitude de la contrainte (ou déformation) imposée et la fréquence.
- C. Les paramètres liés à l'environnement sont : la température et les paramètres agressifs comme l'humidité, l'oxygène, les UV qui peuvent être la cause du vieillissement du polymère. La température peut être un facteur de l'environnement ou un facteur généré lors de la sollicitation. quand on parle de la température extérieure, elle est un facteur de l'environnement mais quand on parle de la température induite par l'auto-échauffement, c'est un facteur qui dépend directement de la fréquence de sollicitation. [1]

III.2.2. Essais sur éprouvettes modèles

Ces essais 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 d'extraction "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 mono-filamentaire (le composite modèle est sollicité en traction);
- Le test "slice" (compression d'un composite modèle entre deux plaques : inférieur rigide et supérieur ductile). [23]

a) Les tests d'extraction "pull-out"

A l'origine, ce test a été développé pour les essais sur fibres enrobées par des matrices polymères. Plus récemment, cette technique a été utilisée pour caractériser les propriétés inter-faciales des composites à matrice fragile.

Le principe de cet essai consiste à soumettre une fibre, dont une partie est enchâssée dans une gaine de matrice, à une contrainte de traction uni-axiale (Figure III.15), jusqu'à provoquer la décohésion à l'interface, puis l'extraction complète de la fibre.



Figure III.15 : Schéma d'une éprouvette d'extraction.

b) Les tests d'indentation

Cette méthode a été développée à l'origine pour les composites à matrice céramique par MARSHALL [1984] [24]. Il s'agit d'une technique de micro indentation qui consiste à appliquer, à l'aide d'un indenteur, une charge sur une fibre qui se présente perpendiculairement à la surface de l'échantillon.

Test de "push-out"

Consiste à appuyer à l'aide d'un indenteur sur une fibre, qui se présente perpendiculairement aux surfaces de l'échantillon, afin de l'extraire de la matrice en utilisant des échantillons minces (épaisseur de 1 à 3 mm) (Figure III.16). Dans ce test la décohésion est totale sur l'interface et la fibre glisse sur toute sa longueur pendant l'étape du glissement. [23]



Figure III.16 : Principe de l'essai de "push-out".

c) Test de fragmentation

Cette méthode consiste à solliciter en traction une fibre unique entièrement enchâssée dans une éprouvette de résine. La fibre subit des ruptures successives à chaque fois que sa résistance est atteinte, et cela, jusqu'à ce que les morceaux restants atteignent une longueur critique l_c ne permettant plus au transfert de charger par cisaillement de générer des contraintes de traction égales à la résistance de la fibre. [19]

La résistance inter-faciale au cisaillement est donnée par la relation (III. 27) :

$$\tau = \frac{\sigma_{fR}}{l_c} \ (l_c)d \tag{III.27}$$

III.3. CONCLUSION

La caractérisation d'un matériau composite doit tenir compte de toutes les conditions et considérations afin de mieux définir son comportement exact (son rôle et ses performances).

La connaissance de l'état d'endommagement d'une structure travaillante en matériaux composites est une nécessité largement reconnue, et ce pour des raisons de fiabilité, par conséquent de sécurité, ce qui est le but du chapitre qui suit.

CHAPITRE IV

Endommagement des matériaux composites

IV.1. Introduction

Lors d'une sollicitation quelconque sur un matériau composite, le développement de l'endommagement au sein d'un matériau commence assez tôt. Les premiers endommagements détectés commencent à se développer à l'échelle microscopique lorsque l'effort localisé atteint la limite de rupture d'un des constituants (microfissure). On parlera de microfissuration. Les microfissures qui se développent sont habituellement trop petites pour causer la rupture finale du composite. La propagation de la rupture est le résultat de la création de nouvelles surfaces de rupture à l'échelle macroscopique (plusieurs fois celles des constituants), à partir des microfissures qui existent. On parlera également de microfissuration.

Dans le cas des matériaux composites, l'initiation de la rupture se produit généralement bien avant l'observation d'un changement du comportement macroscopique.

Les paramètres tels que la fraction volumique, l'orientation des fibres, l'épaisseur des plis et l'espacement entre fibres, jouent un rôle important dans la propagation de l'endommagement. [25]

IV.2. Mécanismes d'endommagement dans les composites

Du fait même de leur aspect hétérogène et anisotrope, également de leur processus de fabrication, les matériaux composites à matrice organique sont sujets à des endommagements différents, dans leur nature et leur mode de développement, de ceux des matériaux classiques. De manière générale, l'endommagement est défini comme un ensemble de changements microstructuraux au sein du matériau qui occasionnent une détérioration irréversible plus ou moins importante. Par exemple, quand une structure stratifiée est sollicitée, la dégradation de ses propriétés est effective bien avant sa rupture finale. Notons également que l'endommagement présente un caractère unilatéral, les microfissures pouvant se refermer sous l'action du chargement. [13]

Il existe généralement plusieurs types d'endommagement au sein d'une structure stratifiée de plis unidirectionnels ou tissés qui se révèlent à différentes échelles d'observation (figure IV.1). Les plus significatifs sont les suivants :

- A l'échelle microscopique apparaissent les ruptures d'adhérence entre les fibres et la matrice : c'est le phénomène de décohésion fibre/matrice ; ces dégradations, qui peuvent se produire sous l'effet de l'eau ;
- A l'échelle mésoscopique, ou échelle du pli : on observe l'apparition de nombreuses fissures intra-laminaires mais également la rupture de fibres qui intervient au stade ultime de la ruine du matériau;
- A l'échelle macroscopique, on observe le phénomène de décollement inter pli : c'est le délaminage qui s'amorce généralement aux bords libres de la structure. [13]



Figure IV.1 : Les différents types d'endommagement et échelles d'observation. Illustration sur un matériau stratifié.

En fonction de l'arrangement géométrique de ses constituants, le matériau composite va présenter un comportement plus ou moins anisotrope. De plus, l'orientation et la proportion des renforts peut favoriser l'apparition de certains endommagements par rapport à d'autres, peut empêcher ou non le caractère élasto-viscoplastique de la matrice de se développer. Pour les matrices renforcées de fibres de verre continues, les différents phénomènes d'endommagement peuvent être observés [Allix, 1990 ; Aussedat-Yahia, 1997 ; Thionnet, 1993]. Les premières dégradations rencontrées sont les micro-défauts, qui peuvent être présents dans le matériau initial (Non vieilli, non sollicité), dus à des imperfections lors de la mise en œuvre. Ils peuvent aussi être initiés lors du vieillissement.

Enfin, sous l'action de sollicitations, ils peuvent se propager, coalescer et donner naissance aux macro-défauts. [13]

IV.3.Modes de rupture

L'état de propagation d'une fissure plan soumise à un système de forces, peut être ramené à la superposition de trois modes élémentaires de rupture (figure IV.2).



Figure IV.2 : Différents modes de rupture.

- Mode I ou mode d'ouverture : la charge appliquée est perpendiculaire au fond de fissure. Les surfaces de la fissure se déplacent perpendiculairement l'une à l'autre. Ce mode correspond à une traction axiale.
- Mode II ou mode de glissement droit : la charge appliquée est parallèle au plan de la fissure. Les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction perpendiculaire au fond de la fissure, il s'agit du cisaillement plan.
- Mode III ou mode de glissement vis : les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction parallèle au fond de la fissure.

Deux ou trois modes de sollicitations peuvent exister simultanément, ce qui correspond aux modes mixtes. Cependant, les ruptures les plus dangereuses sont celles du mode I. [20]

IV.4.Les mécanismes d'endommagement

Les mécanismes d'endommagement d'un matériau hétérogène ne sont pas uniformément présents du matériau. Ils dépendent notamment de la sollicitation, de l'architecture des constituants et de l'orientation des plis. Un composite à matrice polymère soumis à une sollicitation mécanique, peut regrouper trois principaux mode différents :

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

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. [20]

IV.4.1.Rupture de fibre

La rupture de fibre (figure IV.3) intervient lorsque la contrainte de traction σ_f dans une fibre atteint la contrainte à la rupture σ_{fr} de la fibre. Elle produit une concentration de contrainte au voisinage da la rupture, il s'en suit une redistribution de ces contraintes. Le processus de rupture dépend principalement de la contrainte à la rupture de l'interface fibre-matrice. [25]



Figure IV.3 : Rupture de fibre.

IV.4.2.Fissuration matricielle

Les matrices organiques étant des matériaux ductiles. La rupture finale intervient après une initiation de la fissure et sa propagation, dès que la contrainte à la rupture σ_R est atteinte.

Ces fissures prennent naissance aux défauts présents dans le matériau lors de son élaboration.

En traction longitudinale, la fissuration de la matrice est soit transverse dans le cas où la contrainte de traction σ_m dans la matrice atteint la contrainte à la rupture en traction σ_{mr} de la matrice ; soit longitudinale dans le cas où la contrainte à la rupture en cisaillement est atteinte (figure IV.4). Ce dernier mode ne se produit que dans le cas où la contrainte de décohésion de l'interface est supérieure à la contrainte en cisaillement de la matrice. Dans le cas contraire, il y aura alors décohésion de l'interface. [20]



Figure IV.4 : Rupture de la matrice.

Pour des déformations assez faibles, les fissures n'apparaissent que dans la matrice.

L'application des charges cycliques fait augmenter le nombre de fissures. On parle de fissuration dispersée (figure IV.5). Par contre, pour des contraintes élevées, les fibres se cassent au bout de la longueur et permettent la propagation de fissures. C'est le mode de rupture localisé. [20]



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

IV.4.3.Décohésion fibre-matrice

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 τ_m (figure IV.6). [20]



Figure IV.6 : Décohésion fibre-matrice.

IV.5.Fissuration des composites stratifiés

Les matériaux composites stratifiés constitués des couches superposées de fibres unidirectionnels, de tissus ou de mats peuvent présenter différents types de fissurations (interlaminaire, intra-laminaire, ou trans-laminaire). Ces termes définissent les plans dans lesquels peuvent se développer les fissures dans les matériaux composites.

- Fissures inter-laminaire : la fissure se développe suivant un plan parallèle aux couches de renfort, entre deux couches (figure IV.7.a). Ce type d'endommagement se rencontre lors d'essai en mode I ou II, lors d'essai de flexion entre appuis rapprochés ;
- Fissures intra-laminaires : le plan de la fissure est perpendiculaire ou parallèle aux couches du renfort à l'intérieur des couches (figure IV.7.b). Ce mode d'endommagement se rencontre lors d'essai de cisaillement ou de traction transverse sur matériau unidirectionnel par exemple ;

Fissures trans-laminaire : le plan de la fissuration est perpendiculaire aux couches et aux renforts (figure IV.7.c). Ce mode d'endommagement est par exemple observé lors d'essai de traction ou compression uni-axiale dans le sens des fibres.



Figure IV.7 : Différents types de fissuration au sein d'un composite.

Dans le cas des stratifiés, aux mécanismes élémentaires décrit précédemment (décohésion fibre matrice, rupture longitudinale de la matrice, rupture transverse de la matrice, rupture des fibres) s'ajoute un mécanisme de rupture entre couches, il est dit rupture par délaminage (Figure IV.8). [20]



Figure IV.8 : mécanismes de ruptures dans les stratifiés.

IV.6. Facteurs influençant la résistance du composite

Plusieurs facteurs agissent sur la résistance à la rupture des composites. Une analyse exacte de la rupture devient compliquée par la présence de contraintes résiduelles, par la nature hétérogène et anisotrope du matériau, par la présence de défauts et le manque de connaissance sur le comportement de l'interface.



Figure IV.9 : Effet de la longueur d'une fibre de verre E sur la résistance moyenne de la fibre.

La résistance de la résine dépend de son degré de cuisson, de son degré d'homogénéité et du taux de porosité. Les figures IV.10 et IV.11 montrent l'influence du taux de porosité sur la résistance au cisaillement et à la compression des matériaux composites



Figure IV.10 : Corrélation entre la résistance au cisaillement du composite et le taux de porosité.





IV.7. CONCLISION

La connaissance de l'état d'endommagement d'une structure travaillante en matériaux composites est une nécessité largement reconnue, et ce tant pour raisons de fiabilité, et par conséquent de sécurité.

Si on considère le cycle de vie d'un matériau, on s'aperçoit qu'à chaque étape de sa vie, il est soumis obligatoirement à différentes conditions d'exposition au cours de laquelle ce matériau voit ses propriétés initiales décroitre ou sa durabilité.

L'endommagement désigne toute altération des propriétés d'un matériau au cours du temps, ces propriétés peuvent être des caractéristiques mécaniques, physico-chimiques, de surface,... **Chapitre v**

Partie expérimentale

V.1.Introuduction

L'objectif envisagé dans cette partie est l'étude du comportement mécanique d'un matériau composite (stratifié) aux sollicitations statique par le biais des essais de flexion trois points et physico-chimique (vieillissement dans l'eau de mer, l'eau de Javel et l'eau de robinet) et de voir les mécanismes de ruptures engendrés.

V.2. Materiaux de l'étude

Le matériau composite utilisé dans cette étude est des plaques de stratifiés, provenant de l'entreprise ISELMAN (Ets. AMOKRANE Abdallah) à Bejaia. Il est principalement destiné à la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance (figure V.1). Les constituants de base de ces matériaux (résine et renfort) sont des produits commerciaux de composition complexe.



Figure V.1 : Domaine d'utilisation du matériau composite.

Dans cette étude nous avons gardé la même stratification que celle utilisée par l'entreprise pour la réalisation des coques de bateaux 4,80 m (composée de quatre couches après le gel-coat : mat 300, mat 450, taffetas 800 et mat 300 présentées par la figure V.2).





V. 2.1. Constituants des matériaux

• Matrice

Nous avons utilisé une matrice synthétique en polyester insaturé thermodurcissable.

• Renforts

Nous avons utilisé Les fibres de verre type E, sous différentes architectures à savoir : mat 300, mat 450 et taffetas 800 (roving 800) présentées respectivement par la figure V.3.



a) Mat 300g/m²

b) Mat 450g/m²

c) Taffetas 800g/m²

Figure V.3 : Les différents renforts utilisés.

V.2.2. Procédé d'élaboration des matériaux

Les plaques de stratifiés ayant servi au découpage des éprouvettes sont obtenues par le même procédé de fabrication que celui utilisé pour les bateaux de pêche, à savoir, le moulage au contact (figure V .4). Le procédé est manuel, il consiste à nettoyer d'abord le moule avec de la cire (norpol FI-180-10) qui sert d'un agent de démoulage puis appliquer une couche colorée de gel-coat d'épaisseur ($0,28 \pm 0,05$) mm sur une plaque lisse et rigide à l'aide d'un pistolet. Après 12 heures environ, on procède à l'empilement des différentes couches

imbibées de résine (mélangée à 3% du durcisseur) et les compactées manuellement à l'aide d'un rouleau d'ébulleur pour chasser les bulles d'air, jusqu'à obtention de la séquence désirée. Après conditionnement à température ambiante pendant 24 heures, les plaques sont démoulées et subissent par la suite une post-cuisson à température ambiante. Il est commode de laisser environ une demi-heure la première couche de renfort au contact avec le gel-coat.



Figure V.4 : Moulage au contact.

Les éprouvettes soumises aux essais sont découpées dans les plaques suivant deux directions définies relativement à l'axe des chaines et des trames (figure V.5).



Figure V.5 : Architecture du tissu taffetas $800g/m^2$

V.3.Découpage des éprouvettes

Les plaques que nous avons élaboré en composite verre /polyester insaturé sont de dimensions (450×450) mm². Les éprouvettes sont découpées des plaques suscitées à l'aide

d'une scie à disque diamanté (figure V.8) sous un jet d'eau. Après la découpe, les éprouvettes sont ébavurées par un léger ponçage, puis nettoyées rapidement à l'acétone.



Figure V.6 : Scie à disque diamanté.

V.4.Géométrie des éprouvettes de flexion

Les dimensions des éprouvettes utilisées pour les essais de flexion trois points (figure V.7) ont été choisies selon la norme NF EN ISO 178, ASTMD 790 [1], c'est-à-dire :

L= 20h , l=20h + 25 (\pm 1) mm ;

 $10 < b \le 15 \text{ mm}$ b=15 mm; pour $h \le 5 \text{ mm}$ b=3,5 mm.

L: longueur de l'éprouvette ;

b : largeur ;

h : épaisseur.

Les dimensions utilisées dans les calculs, sont les valeurs moyennes :



Figure V.7 : Géométrie des éprouvettes

V.5.Essais physico-chimiques

Dans cette section, nous allons étudier le comportement des matériaux élaborés sous les essais suivants :

1) Essai de perte au feu (Calcination)

2) Essai de vieillissement dans différents milieux :

- Eau douce (eau de robinet).
- Eau saline (eau de mer).
- ➢ Eau de Javel.

V.5.1. Essai de perte au feu (calcination)

Ce test permet de déterminer, pour un matériau composite, le taux de fibres en masse et celui de la résine et permet aussi de voir l'architecture des fibres dans chaque type de matériau utilisé.

V.5.1.1. Principe de l'essai

Nous avons effectué un essai de perte au feu pour notre matériau. Les échantillons sont placés dans des creusets préalablement pesés, le tout est placé dans un four dans lequel la température évolue de 25°C à 1100°C. L'essai est réalisé à 650°C, température pour laquelle la résine est entièrement calcinée (environ 30 mn), l'ensemble est alors mis dans le dessiccateur, nous le laissons refroidir pendant 30min. Les creusets et les fibres de verre sont pesés.

V.5.1.2 Matériel utilisé

- Creuset pour mettre les échantillons dedans (figure V.8.a)
- Un four dont la température est réglé à 650° C (figure V.8.b)
- Une balance de précision 10⁻⁴ g (figure V.8.c)



(a) Creuset,	(b) Four,	(c) balance de précision
--------------	-----------	--------------------------

Figure V.8 : Matériel utilisé

V.5.1.3 Déroulement de l'essai

Nous pesons à vide les creusets, en suite nous les pesons avec les échantillons et on les met dans un four réglé à une température suffisante pour la calcination entière de la résine, soit 650° C, pendant 30 min environ. Après le refroidissement, on fait la pesée des fibres restante dans chaque creuset et cela nous permet de calculer toutes les fractions massiques des fibres et celle de la résine avec les lois ci-dessous. Après calcination, il restera juste les fibres et la cendre du gel coat.



Figure V.9 : a) Échantillons avant calcination, b) Échantillons après calcination.

$$Mf(\%) = \left(1 - \frac{Me - mf}{Me}\right) \times 100 \qquad (V.01)$$

$$Mm(\%) = (\frac{Me - mf}{Me}) \times 100$$
 (V.02)

Mf(%): Fractions massique de la fibre ;

Me: Masse de l'échantillon avant calcination ;

mf: Masse des fibres + la cendre de gel-coat ;

Mm(%): Fractions massique de la matrice

$$Mm(\%) = 100 - Mf(\%)$$
 (V.03)

Me = La masse de l'échantillon avec le creusé avant calcination - la masse creusé à vide.

Mf = La masse de l'échantillon avec le creusé après calcination - la masse creusé à vide.



Figure V.10 : (a) pesée à vide, (b) pesée avec échantillon, (c) pesée après calcination, (d) le creuset et les échantillons après calcination

Les résultats obtenus après calcination sont représentés dans le tableau V.1 :

Après calcination, il restera juste les fibres et la cendre du gel-coat comme le montre la figure V.11.



cendre du gel-coat.

Figure V.11 : Les échantillons après calcination.

Les résultats de cet essai sont présentés dans le tableau suivant :

T (°C)=650	Pesée à vide (g)	Pesée avec échantillon (g)	Pesée après calcination (g)	Fraction massique des fibres (%)	Moyenne (Mf %)
Creuset 1	17,42608	19,88004	18,40343	39,82	
Creuset 2	18,87430	21,81801	20,068896	40,58	
Creuset 3	17,47115	19,388994	18,22186	39,14	39,36
Creuset 4	14,75114	17,07365	15,63143	39,14	

Tableau V.1 : Résultats de l'essai perte au feu.

V.5.2. Essai de vieillissement dans différents milieux

V.5.2.1.Conditions de vieillissement

Pour reproduire des conditions de vieillissement proches de celles rencontrées en utilisation réelle, un vieillissement accéléré a été réalisé aux matériaux afin d'évaluer leurs comportements sous trois milieux agressifs : environnement marin (l'eau de mer), l'eau de Javel et l'eau de robinet (eau douce).

Le mode de vieillissement que nous avons appliqué est basé sur les travaux réalisés et rapportés par les références [13] et [11]. Nous avons procédé par immersion des éprouvettes dans les trois milieux suscités, à une température ambiante. Nous n'avons pas considéré des températures plus élevées car, en général à partir de 70°C des dégradations structurelles peuvent avoir lieu dans ce type de résine [13].

V.5.2.2.Déroulement de l'essai (gravimétrie)

L'une des méthodes les plus utilisées pour suivre l'absorption d'eau dans un matériau est la gravimétrie. Cette dernière consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons vieillis en fonction du temps.

Les échantillons sont, tout d'abord, marqués, pesés, puis immergés dans les bacs d'eau de mer, d'eau de Javel et d'eau de robinet pour vieillir à la température ambiante. Les échantillons sont sortis des bacs de vieillissement, essuyés par un chiffon doux en surface, puis pesés en utilisant une balance de précision 10⁻⁴g voir figure V.12. En se référant à la masse initiale de chaque échantillon, la valeur de la prise en masse (en % par rapport à la masse initiale) au cours du vieillissement est calculée comme suit :

$$w(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100 \tag{V.4}$$

Avec :

- m₀ : Masse initiale de l'échantillon.
- m : Masse de l'échantillon après un temps t de vieillissement.



Figure V.12 : Balance de précision 10⁻⁴g.

La pesé est faite régulièrement jusqu'à la saturation et les résultats du taux d'absorption par rapport au temps obtenus sont représentées dans les figures qui suivent :



Figure V.13 : Cinétique d'absorption du lot AC1-5 vieillis dans l'eau de mer.



Figure V.14 : Cinétique d'absorption du lot AC6-10 vieillis dans l'eau de javel.



Figure V.15 : Cinétique d'absorption du lot AC11-15 vieillis dans l'eau de robinet.



Figure V.16 : Comparaison des cinétiques d'absorption entre les lots AC1-5 et AC11-15.





• Analyse des résultats

Les courbes d'absorptions de l'eau saline présentent la même allure que celles de l'eau de robinet. Les remarques seront donc les mêmes. Chaque courbe présente deux parties :

- La première pourrait être approchée par une droite de pente D, elle correspond au régime transitoire de diffusion. La diffusion s'opère à une vitesse caractérisée par la pente de la droite qui représente le coefficient de diffusion D;

- La deuxième partie, pourrait être approchée par une droite parallèle à l'axe des abscisses, c'est le régime permanent de diffusion (l'équilibre est atteint). Il s'agit de l'état de saturation de l'eau dans l'échantillon, C'est ainsi que deux grandeurs sont déduites de ces courbes :

- Le taux max d'absorption w_{∞} du solvant représentant l'équilibre atteint : il caractérise la solubilité du solvant dans le matériau (teneur massique d'absorption à l'équilibre) ;

- Le coefficient de diffusion D : relatif à la vitesse à laquelle cet équilibre est atteint. Il dépend principalement de l'épaisseur de l'échantillon et de la cinétique de diffusion. Dans cette zone, le matériau est considéré à l'état vieilli. Dans ce cas, nous pouvons décrire cette diffusion en se basant sur le modèle de FICK qui nous permet de déduire le coefficient de diffusion par la loi V.5 [10] :

$$D = \left(\frac{\pi e^2}{16 t}\right) \left(\frac{m_t}{m_{ts}}\right)^2 \tag{V.5}$$

e : épaisseur de l'échantillon ;

t : temps à un instant donné ;

 m_t et m_{ts} : sont respectivement la masse à l'instant donné et la masse à la saturation.

Lots	Taux d'absorption à l'équilibre w∞ (%)	Coefficient de diffusion D (%/h)	
AC1-5(eau de mer)	0,7403	0,0356	
AC11-15(Eau de robinet)	1,0245	0,0474	

Les valeurs de ces grandeurs sont résumées dans le tableau V. 2 :

Tableau V.2 : Valeurs de D et de w_{∞} (%) d'absorption dans l'eau de robinet et l'eau saline(eau de mer).

- Nous remarquons que les deux paramètres D et w∞ dépendent du solvant (les valeurs ne sont pas les mêmes dans l'eau de robinet et dans l'eau saline).
- Le coefficient de diffusion dans l'eau saline est plus réduit comparé au coefficient de diffusion dans l'eau de robinet. Ce qui pourrait s'expliquer par la présence de sels dans l'eau saline qui ralentit la diffusion (tableau V.2).

V.6. Essais mécaniques

La détermination des caractéristiques mécaniques intrinsèques d'un quelconque matériau nécessite la pratique d'un certain nombre d'essai mécanique. Dans notre étude nous avons effectué des essais :

- > Statique en flexion trois points avant vieillissement
- Statique en flexion trois points après vieillissement dans les trois milieux (eau de mer, eau de robinet et eau de javel).
- Essai de micro-dureté

V.6.1 Essai statique en flexion trois points

Nous intéressons à la détermination des propriétés mécaniques usuelles telles que le module d'élasticité E, la contrainte à la rupture σ_r et la déformation à la rupture ε_r , la force maximale P_r , la flèche à la rupture f_r , ainsi qu'au profil du comportement du matériau.

Machine de flexion

Les essais de flexion sont réalisés sur une machine universelle de type IBERTEST (figure V.18) qui peut effectuer sans encombre la traction, la compression et la flexion, avec bien sûr changement de mors qui se montent et démontent facilement, elle est dotée d'une cellule de charge d'une capacité de 200 MPa, accompagnée par des vitesses de chargement qui varient de 10 à 500 mm/min contrôlées automatiquement. Elle est constituée essentiellement d'une traverse inférieure fixe et d'une traverse supérieure mobile entraînée par deux vis sans fin, misent en rotation par un moteur électrique situé dans le compartiment supérieur sur laquelle se trouvent les capteurs servant à mesurer la force appliquée sur l'éprouvette ainsi que le déplacement au cours de l'essai qui seront projetées directement sur l'écran d'un ordinateur
lié à la machine. Sur chacune des traverses se trouve des mors permettant de fixer l'éprouvette.

Nous avons effectués des essais de flexion à trois vitesses qui sont : 10, 150 et 350 mm/mn en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette h, et à une température ambiante $T=25^{\circ}C$.



Figure V.18 : Machine de flexion et de traction IBERTEST.

• Résultats des essais de flexion trois points

Pour une représentation plus cohérente des résultats des essais nous avons utilisé les formules de passage suivantes données par la théorie des poutres [21] :

$$\sigma_{\text{max}} = \frac{3\text{PL}}{2\text{bh}^2}$$
 (V.6) ; $\epsilon_{\text{max}} = \frac{6\text{hf}}{L^2}$ (v.7)

 σ_{max} : La contrainte normale maximale ;

ε_{max}: La déformation relative maximale ;

Avec : P : charge appliquée ; L : l'élancement (distance entre appuis) ; b : largeur ;

h : hauteur.

f : Flèche mesurée au cours de l'essai pour chaque charge.

Dans les tableaux qui suivent nous présentons les dimensions des éprouvettes utilisées et les caractéristiques mécaniques intrinsèques. Pour la direction de l'éprouvette nous désignions : la direction des chaines par « C » et la direction des trames par « T ».

Lot Ac1-5	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E(MPa)
Ac1	3,66	15,49	455	8,82	224	0,041	231	0,035	5797
Ac2	3,53	15,44	461	9,49	244	0,043	243	0,038	6153
Ac3	3,44	15,52	372	8,19	207	0,036	190	0,035	5729
Ac4	3,20	15,59	354	9,20	226	0,038	205	0,033	6054
Ac5	3,03	15,09	349	10,75	257	0,042	200	0,028	6992
moyenne	3,372	15,426	398,2	9,29	231,6	0,04	213,8	0,0338	6145

a) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de mer à V=350mm/min

Tableau V.3 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac1-5» vieillis dans l'eau de Mer.



Figure V.19 : Évolution contrainte/déformation de l'échantillon Ac1 vieilli dans l'eau de Mer.

D) Ca	b) Caracteristiques inclainques du lot vienns dans i cau de Javei a v=550mm/mm											
Lot Ac6-10	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	ε _e	Module de Young E (MPa)			
Ac6	3,14	15,44	248	15,26	166	0,062	126	0,035	3996			
Ac7	3,19	15,10	293	13,33	194	0,055	165	0,036	4666			
Ac8	3,41	15,35	272	10,45	155	0,046	116	0,030	4157			
Ac9	3,50	15,29	316	10,42	172	0,047	150	0,037	4165			
Ac10	3,61	15,39	387	12,72	197	0,059	165	0,041	4374			

b) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de Javel à V=350mm/min



176,8

0,0538

12,436



15,314

303,2

3,37

moyenne



144,4

0.0358

4271,6

Figure V.20 : Évolution contrainte/déformation de l'échantillon Ac6vieilli dans l'eau de Javel.

Lot Ac11-15	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	ε _r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac11	3,71	15,34	463	9,20	223	0,044	200	0,035	5644
Ac12	3,20	15,39	352	11,39	227	0,047	180	0,029	6169
Ac13	3,20	15,53	361	10,15	232	0,042	200	0,030	6251
Ac14	3,55	15,44	455	10,48	238	0,048	231	0,040	5699
Ac15	3,22	15,97	346	10,44	227	0,043	190	0,033	5796
moyenne	3,376	15,534	395,4	10,332	229,4	0,0448	200,2	0,0334	5911,8

c) Caractéristiques mécaniques du lot vieillis dans l'eau de Robinet à V=350 mm/min

Tableau V.5 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac11-15» vieillis dans l'eau de Robinet.



Figure V.21 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac11 vieilli dans l'eau de Robinet.

Lot Ac16-20	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac16	3,39	15,41	362	10,50	218	0,046	190	0,032	5354
Ac17	3,26	15,27	325	9,74	214	0,041	165	0,026	5803
Ac18	3,49	15,51	344	6,85	220	0,031	180	0,021	5239
Ac19	3,27	15,44	343	6,66	212	0,028	195	0,021	5747
Ac20	3,20	15,25	344	7,61	224	0,031	210	0,026	6022
moyenne	3,322	15,376	343,6	8,272	217,6	0,0354	188	0,0252	5528,8

d) Sollicitation dans le sens du gel-coat suivant les chaines (V=10mm/min)









Lot At1-5	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	ε _r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
At1	3,13	15,15	276	9,66	190	0,039	140	0,027	5117
At2	3,13	15,62	351	7,91	204	0,032	170	0,028	5357
At3	3,06	15,21	295	7,30	211	0,029	180	0,022	5149
At4	3,46	15,28	433	7,66	221	0,034	188	0,023	5687
At5	3,07	15,04	282	7,12	203	0,028	170	0,016	5732
moyenne	3,17	15,26	327,4	7,93	205,8	0,0324	169,6	0,0232	5408,4

e) Sollicitation dans le sens du gel-coat suivant les trames (V=10mm/min)

Tableau V.7 : Caractéristiques mécaniques du « lot At1-5» non vieillis.



Figure V.23 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon At1 non vieilli.

Lot Ac21-25	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac21	3,47	15,44	290	6,31	159	0,028	140	0,022	5709
Ac22	3,32	15,34	271	6,45	163	0,027	150	0,025	5974
Ac23	3,63	15,31	296	4,22	149	0,019	140	0,016	5694
Ac24	3,61	15,24	301	4,57	154	0,021	148	0,015	5329
Ac25	3,39	15,34	274	4,70	158	0,020	150	0,018	5327
moyenne	3,484	15,334	286,4	5,25	156,6	0,023	145,6	0,0192	5606,6

f) Sollicitation dans le sens inverse du gel-coat suivant les chaines (V=10mm/min)







Lot At6-10	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
At6	3,49	15,03	333	7,02	165	0,031	150	0,028	5821
At7	3,12	15,06	264	8,02	154	0,032	139	0,025	5764
At8	3,20	15,09	184	2,79	121	0,011	114	0,010	5175
At9	3,41	15,09	281	4,91	143	0,021	132	0,019	5213
At10	3,15	15,04	247	5,43	149	0,022	129	0,020	4891
moyenne	3,274	15,062	261,8	5,634	146,4	0,0234	132,8	0,0204	5372,8

g) Sollicitation dans le sens inverse du gel-coat suivant les trames (V=10mm/min)

Tableau V.9 : Caractéristiques mécaniques du « lot At6-10» non vieillis.



Figure V.25 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon At6 non vieilli.

h)	Sollicitation	dans le se	ns du ge	l-coat à u	ne vitesse o	de 150 mm/min

Lot Ac36-40	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	æ _r	б е (MPa)	ε _e	Module de Young E (MPa)
Ac36	3,34	15,35	382	10,52	227	0,045	185	0,030	6209
Ac37	3,16	15,54	346	11,50	243	0,047	200	0,030	6451
Ac38	3,25	15,37	377	8,19	237	0,034	200	0,024	6362
Ac39	3,50	15,22	437	9,29	239	0,042	200	0,023	6215
Ac40	3,06	15,46	355	8,46	250	0,033	200	0,020	6288
moyenne	3,262	15,388	379,4	9,592	239,2	0,0402	197	0,0254	6305

Tableau V.10 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac36-40» non vieillis.





Figure V.26 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac36 non vieilli.

Lot Ac41-45	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac41	3,34	15,16	394	11,16	237	0,048	200	0,032	6208
Ac42	3,36	15,37	445	8,17	261	0,035	237	0,023	6857
Ac43	3,33	15,51	423	7,45	251	0,032	225	0,023	6993
Ac44	3,27	15,17	376	7,47	236	0,031	205	0,021	6476
Ac45	3,56	15,35	471	7,47	247	0,034	218	0,022	6447
moyenne	3,372	15,312	421,8	8,344	246,4	0,036	217	0,0242	6596,2

i) Sollicitation dans le sens du gel-coat à une vitesse de 250 mm/min

Tableau V.11 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac41-45» non vieillis.



Figure V.27 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac41 non vieilli.

Lot Ac46-50	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac46	3,45	15,24	405	10,12	227	0,045	190	0,028	6449
Ac47	3,15	15,08	353	8,81	241	0,036	200	0,022	5680
Ac48	3,59	15,42	459	7,42	235	0,034	200	0,022	6481
Ac49	3,42	15,33	435	8,86	247	0,039	218	0,029	5800
Ac50	3,42	15,39	467	9,14	265	0,040	225	0,029	6316
moyenne	3,406	15,292	423,8	8,87	243	0,0388	206,6	0,026	6145,2

Tableau V.12 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac46-50» non vieillis.





Figure V.28 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac46 non vieilli.

Lot Ac26-30	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	ε _e	Module de Young E (MPa)
Ac26	3,19	15,20	316	11,02	208	0,045	160	0,027	4895
Ac27	3,36	15,40	392	10,57	230	0,046	175	0,034	5738
Ac28	3,26	15,11	357	10,54	226	0,044	185	0,030	5820
Ac29	3,33	15,43	345	9,65	205	0,041	175	0,033	5195
Ac30	3,38	15,25	347	11,37	203	0,049	170	0,030	5417
moyenne	3,304	15,278	351,4	10,63	214,4	0,045	173	0,0308	5413

k) Sollicitation à une température de 50°c couplée avec une vitesse de 10 mm/min

Tableau V.13 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac26-30» non vieillis.



Figure V.29 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac26 non vieilli.

l) Sollicitation à une température de 50 $^\circ \mathrm{c}$ couplée avec une vites se de 350 mm/min

Lot Ac31-35	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	E _e	Module de Young E (MPa)
Ac31	3,31	15,33	412	10,74	250	0,046	225	0,037	6310
Ac32	3,47	15,15	403	9,43	225	0,042	200	0,036	5722
Ac33	3,59	15,45	507	10,81	259	0,050	225	0,035	6073
Ac34	3,68	15,32	503	9,77	247	0,046	218	0,036	5964
Ac35	3,54	15,34	442	9,48	234	0,043	200	0,034	6036
moyenne	3,518	15,318	453,4	10,046	243	0,0454	213,6	0,0356	6021

Tableau V.14 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac31-35» non vieillis.



Figure V.30 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac31 non vieilli.

Lot Ac51-55	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	ε _r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac51	3,52	15,11	412	9,99	224	0,045	195	0,034	5431
Ac52	3,60	15,43	442	9,32	225	0,043	185	0,030	5521
Ac53	3,52	15,41	369	9,03	197	0,041	170	0,031	4843
Ac54	3,20	15,33	287	11,34	187	0,047	172	0,034	4904
Ac55	3,49	15,42	405	9,37	220	0,042	180	0,030	5457
moyenne	3,466	15,34	383	9,81	210,6	0,0436	180,4	0,0318	5231,2

m) Sollicitation à une température de 70 °c couplée avec une vitesse de 10 mm/min

Tableau V.15 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac51-55» non vieillis.



Figure V.31 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac51 non vieilli.

Lot Ac56-60	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	σ _e (MPa)	ε _e	Module de Young E (MPa)
Ac56	3,60	15,52	491	10,46	249	0,048	218	0,034	6351
Ac57	3,22	15,35	400	11,72	256	0,048	200	0,030	6408
Ac58	3,22	15,31	352	12,40	226	0,051	185	0,030	5958
Ac59	3,73	15,48	476	11,34	225	0,054	190	0,034	5370
Ac60	3,60	15,19	459	10,07	238	0,047	205	0,033	6055
moyenne	3,474	15,37	435,6	11,198	238,8	0,0496	199,6	0,0322	6028,4

Tableau V.16 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac56-60» non vieillis.



Figure V.32 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac56 non vieilli.

Lot Ac61-65	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ r (MPa)	ε _r	σ _e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac61	3,44	15,60	365	13,02	201	0,058	175	0,038	4555
Ac62	3,17	15,14	267	8,51	179	0,035	160	0,030	5058
Ac63	3,31	15,25	326	15,18	199	0,065	170	0,040	4299
Ac64	3,31	15,35	355	12,61	215	0,054	185	0,038	4720
Ac65	3,51	15,28	357	12,75	193	0,058	170	0,040	4136
moyenne	3,348	15,324	334	12,414	197,4	0,054	172	0,0372	4553,6

o) Sollicitation à une température de 90 °c couplée avec une vitesse de 10 mm/min

Tableau V.17 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac61-65» non vieillis.



Figure V.33 : Évolution contrainte / déformation de l'échantillon Ac61 non vieilli.

p) Sollicitation à une température de 90 °c couplée avec une vitesse de 350 mm/min

Lot Ac66-70	Épaisseur h (mm)	Largeur b (mm)	Force Pr (N)	Flèche Fr (mm)	σ _r (MPa)	٤r	G e (MPa)	Ee	Module de Young E (MPa)
Ac66	3,36	15,31	308	12,06	182	0,052	160	0,036	4530
Ac67	3,21	15,54	365	13,98	232	0,058	200	0,038	5322
Ac68	3,28	15,27	341	12,72	211	0,054	170	0,038	5086
Ac69	3,40	15,43	395	10,74	225	0,047	200	0,036	5689
Ac70	3,43	15,12	392	11,09	225	0,049	175	0,038	5713
moyenne	3,336	15,334	360,2	12,118	215	0,052	181	0,0372	5268

Tableau V.18 : Caractéristiques mécaniques du « lot Ac66-70» non vieillis.







• Analyse et comparaison des résultats de l'essai flexion trois points

Toutes les éprouvettes présentent un comportement similaire pour le même lot, avec une dispersion des caractéristiques mécaniques, ceci est dû principalement à la présence de défauts (bulles d'air) et au procédé d'obtention des matériaux (moulage au contact).

Les caractéristiques mécaniques sont plus importantes pour les lots d'éprouvettes qui sont découpées suivant les chaines dans la majorité des cas, elles sont réduites dans les échantillons vieillis par rapport au non vieillis.

Nous relevons selon les courbes contraintes-déformations que la majorité des lots présentent un comportement ductile.

Au cours des essais de flexion trois points, on entend des craques avant la rupture totale de l'échantillon, qui correspondent en premier lieu à la rupture de la matrice suivi de la décohésion fibre-matrice, du délaminage inter-plis et enfin la rupture des fibres.

Nous obtenons des ruptures en traction (mode I) pour tous les lots, suivis d'un délaminage (mode II) inter-pli au niveau du tissu taffetas (800 g/m²) montré par la figure V.35.



Figure V. 35 : Eprouvettes rompues en flexion trois points.

V.6.2. Effet d'autres paramètres sur les caractéristiques mécaniques du matériau

a) Effet de L'anisotropie

Les résultats des contraintes à rupture obtenus en flexion sur les éprouvettes des différents lots dans la direction des chaines sont plus importants que celle trouvées suivant la direction des trames pour la majorité des échantillons (figure v. 36), ce qui montre que la résistance à la rupture est dépendante de la direction de sollicitation. De même pour les

modules d'élasticité (figure v. 36), cela est dû à la structure du renfort (tissu taffetas) et au type de moulage (défauts existant dans le matériau). Cette divergence peut être due également à la distribution non uniforme des contraintes dans l'essai de flexion.



Figure V. 36 : Influence de l'anisotropie sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture et le module de Young.

b) Effet du sens de l'application de la force

Il existe une différence significative entre les propriétés mécaniques mesurées dans le sens du gel-coat et celles mesurées dans le sens inverse. En effet, les valeurs des contraintes élastiques ainsi que celles à rupture et celles des modules Young mesurées dans le sens du gel-coat sont supérieures à celles mesurées dans l'inverse. L'histogramme de la figure V.37 illustre cet aspect.

La différence entre ces caractéristiques intrinsèques, est beaucoup plus marquée dans le cas des contraintes à la rupture que dans celui des modules élastiques. Cette dernière peut s'expliquer dans le premier cas du fait que le taffetas 800g/m² se trouve dans la partie extérieure de l'éprouvette, c'est-à-dire, lors de la sollicitation dans le sens du gel-coat l'effort est supporté par le taffetas 800g/m² alors que dans l'autre cas, le taffetas 800g/m² se trouve sur la partie intérieure de l'éprouvette. Donc, dans ce cas c'est le mat 300g/m² qui est sous le gel-coat qui doit supporter l'effort dû à la sollicitation ce qui explique le résultat cité ci-dessus.



Figure V. 37 : Influence du sens de l'application de la force sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture et le module de Young.

c) Effet de la vitesse de sollicitation

D'après les histogrammes de la figure V.38 on voit que les caractéristiques mécaniques augmentent de plus en plus qu'on augmente la vitesse de sollicitation jusqu'à ce qu'on atteint la vitesse de 250 mm/min, au-delà de cette vitesse on remarque une diminution des caractéristiques mécaniques jusqu'à la vitesse de 350 mm/min.

Lorsqu'on augmente la vitesse de sollicitation le matériau devient rigide(le module de Young augmente) et très cassant.



Figure V. 38 : Influence de la vitesse de sollicitation sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture et le module de Young.

d) Effet de la température

La température de transition (Tg) de notre matériau est de 76 °C, de ce fait, au-dessous de cette température le matériau est dure et cassant ; ses caractéristiques mécaniques sont plus élevées.

Au-dessus de 76 °C le matériau devient mou et caoutchoutique, donc ses caractéristiques mécaniques diminuent.



Figure V. 39 : Influence de la température sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture et le module de Young.

e) Effet du vieillissement

Bien qu'il y ait une dispersion non négligeable des résultats expérimentaux obtenus, on peut relever que l'absorption d'eau se traduit par une diminution des caractéristiques mécaniques des stratifiés

Les résultats des contraintes à rupture et les modules d'élasticité obtenus sur tous les lots à l'état vierge (non vieilli) sont plus importants que ceux trouvés après vieillissement (figure V.40), ce qui montre que l'eau de mer et l'eau de Javel sont deux milieux agressifs et dégradent les caractéristiques et les performances des matériaux composites.



Figure V. 40 : Influence du vieillissement sur la contrainte élastique, la contrainte à rupture et le module de Young.

f) Effet de la température couplée avec la vitesse

D'après les histogrammes de la figure (V.41) on voit que les caractéristiques mécaniques augmentent de plus en plus qu'on augmente la vitesse de sollicitation et diminues lorsqu'on augmente la température.





V.6.3. Essai de micro-dureté

La micro-dureté a été définie comme résistance d'un matériau à la pénétration permanente par un autre matériau plus dure. La mesure est faite auprès de la dimension de l'empreinte laissée (surface ou profondeur) après que la force d'essai ait cessé. La connaissance de la valeur de la micro-dureté nous permet d'accéder aux caractéristiques mécaniques du matériau, ainsi que de prévoir son comportement à l'usure lors d'un contact avec d'autres matériaux.

• Principe de l'essai

Les tests de micro-dureté ont été réalisés sur un appareil semi-automatique de type ZWICK ROELL ZHV (figure V. 42). Ce micro-duromètre est constitué d'un microscope permettant d'avoir une image agrandie à 400 fois et d'un système d'indentation. Le pénétrateur utilisé est en diamant de forme pyramidale (Knoop) à base rectangulaire avec un angle de 172° 30' entre deux faces opposées et 130° pour les deux autres faces. Une fois les paramètres introduits dans le programme (valeur de la charge tel que les charges appliquées sont inférieures à 1kgf) la phase à indenter est ramenée en un point connu de la réglette (deux

droites superposées). En actionnant l'indentation, le pénétrateur est déplacé de sorte à indenter la phase ciblée laisse une empreinte dont la taille est comprise entre 0.01mm et 0.1mm (D=7d). La charge appliquée pendant 20 secondes puis retirée automatiquement. Le microscope se repositionne sur l'empreinte et permet de mesurer, par déplacement des deux droites, les deux diagonales de l'empreinte. L'appareil affiche les mesures effectuées et le programme calcul alors la valeur de la micro-dureté correspondante.



Figure V. 42 : durométre et empreinte Knoop.

• Résultats obtenus

Après avoir appliqué une charge de 0,05 Kgf, pendant 20 secondes, à l'aide de microdurométre sur l'échantillon, nous avons obtenu les résultats présentés dans le tableau V.19.

Avec:
$$HK = \frac{C*F}{d^2}$$
 (V.8)

Où : C est une constante indépendante de la charge, fonction de la géométrie du corps pénétrateur, et d est la diagonale de l'empreinte générée.

Échantillon					
d [µm]	НК				
168,7	20				
162,6	27				
138,2	37				
184,5	21				
111,6	57				
64,0	174				
62,4	183				
143,4	35				
131,0	41				
196,0	19				
102,0	68				
161,3	27				

Tableau V. 19 : Résultat obtenu pour l'échantillon.

• Interprétation des résultats

Le matériau présente une dispersion de valeur de la micro-dureté due à l'hétérogénéité de la distribution des fibres dans la matrice à l'échelle microscopique, cela peut s'expliquer par le fait que le pénétrateur s'est enfoncé dans des endroits moins durs (la matrice) qui ont résulté les petites valeurs , par contre les grandes valeurs sont obtenues sur des endroits plus durs (Zones où il y'a des fibres).

V.7. Conclusion

D'après les expériences menées lors de cette étude, nous avons constaté :

- Le suivi de l'absorption des échantillons au cours du temps, provoque des sources d'erreurs non négligeables qui sont dues, d'abord de sortir à chaque fois l'échantillon de son environnement, à l'incertitude de la pesée et au séchage des éprouvettes (cette méthode conduit seulement à une estimation macroscopique).
- Une dispersion parfois importante des résultats concernant les caractéristiques mécaniques pour un même lot, ce qui peut être due à la technique d'élaboration qui joue un rôle considérable sur le produit fini.
- Nous obtenons des ruptures en traction (Mode I) pour tous les lots, suivis d'un délaminage (Mode II) inter pli au niveau du tissu taffetas (800 g/m²).

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude nous a permis de définir une approche de la caractérisation des matériaux composites verre/polyester insaturé, utilisé dans la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance, par des essais de flexion trois points et du vieillissement en prenant en compte l'effet de la vitesse de sollicitation et de la température. La présente étude a concerné en premier lieu, la mise au point d'une méthodologie de caractérisation en flexion trois points sur des éprouvettes normalisées pour définir les caractéristiques fondamentales des matériaux.

Par la suite, nous avons décrit le procédé d'élaboration des matériaux destiné à la présente étude, en détaillant les différentes techniques de caractérisation. Le dépouillement des résultats des essais nous a permet d'accéder aux caractéristiques intrinsèques des matériaux tels que le module de Young E, la contrainte à la rupture, la contrainte élastique ainsi que la flèche correspondante respectivement. Les propriétés mécaniques varient selon le sens de l'application de la force, la vitesse de sollicitation, effet de l'environnement (dans notre cas la température) ainsi que le sens d'orientation des renforts (suivant les chaines ou bien suivant les trames).

Les résultats des essais effectués se caractérisent par une dispersion des caractéristiques mécaniques des matériaux qui peut être due aux hétérogénéités et l'anisotropie des matériaux composites ainsi qu'à leur procédé d'élaboration (défauts volumique et surfacique).

Nous relevons selon les courbes contraintes-déformations un comportement ductile pour tous les lots dans les deux directions (chaînes et trames). Nous obtenons des ruptures en traction (Mode I), suivis d'un délaminage (Mode II) inter pli au niveau du tissu taffetas.

Les résultats obtenus montrent que l'immersion dans les deux milieux (eau de robinet et l'eau de mer) provoque le vieillissement du verre/polyester insaturé pour des temps courts d'immersion, l'absorption de l'eau de mer ainsi que l'eau de robinet suit la loi Fickienne. Par contre l'immersion dans l'eau de Javel provoque une dégradation (perte de masse) donc cette dernière suit une loi non Fickienne.

Un phénomène de dégradation est constaté, suite à la perte de résistance et de ductilité détectées par les essais mécaniques des échantillons immergés dans les trois milieux. De plus, nous avons constaté une perte de brillance du gel-coat pour les composites et un changement

de couleur, en revanche l'éclat du gel-coat des bateaux de pêche et de plaisance doit être conservé au cours des années.

Notre étude expérimentale n'est qu'une première approche et il conviendrait de développer un programme plus complet. Néanmoins elle montre que les essais de flexion trois points et les essais de vieillissement permettent bien d'identifier les mécanismes de rupture pouvant se produire dans des milieux agressifs tel que l'eau de mer.

Pour poursuivre cette étude, une caractérisation de ces composites peut être complétée avec des essais dynamiques par le biais des essais de fatigue et des essais de choc.

- Une étude de la réversibilité des effets de vieillissement.
- L'influence du traitement de surface de la fibre sur le vieillissement afin de préserver l'interface fibre/matrice intacte.
- Une prise en compte des paramètres susceptibles d'influencer le vieillissement en milieu marin, tels que la présence d'oxygène, les rayonnements UV, introduction de l'humidité...
- L'étude du comportement dynamique du matériau vieilli.
- La réponse de ce type de matériaux à de basses températures.

Bibliographie



 ZAIDI Ali, mémoire de magister, étude du comportement de matériaux composites polymère en fatigue (effet du vieillissement), université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, 2008.

[2] Laarej MERAD, étude par spectroscopie Raman et modélisationD'une résine composite RTM, l'Université Abou Bakr BELKAID de Tlemcen, 2010

[3] Laurent Gornet, Généralités sur les matériaux composites.

[4] **Glossaire des matériaux composites**, C.A.R.M.A centre d'animation régional en matériaux avancés, 2006.

[5] Lionel GENDRE, Matériaux composites et structures composites, ressource 2011.

[6] http://aviondufutur.e-monsite.com/pages/composites/les-avantages-et-les-inconvenients-des-materiaux-composites.html.

[7] **Philippe CASTAING**, vieillissement des matériaux composites verre-polyester en milieu marin : délaminage d'origine osmotique, docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse, 1992

[8] Hamadi Boualem, Introduction aux matériaux composites. ENSSMAL.

[9] BOUZNAD Mohamed, KAROU Mourad, influence du vieillissement et du recyclé sur les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite, université mouloud Mammeri, TIZI OUZOU, 2014.

[10] FICK, prise dans le mémoire référencié par [1]

[11] **Julien Mercier**, Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.

[12] J. Crank. The Mathematics of diffusion. Oxford University Press, 2nd edition reprinted.1983.

[13] **Y. Perrot.** Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène -Thèse, Paris, 2006.

[14] J. Lebel.; Étude des effets de l'humidité sur les composites recouverts de gel-coat.Mémoire de maîtrise des sciences appliquées, École polytechnique de Montréal, Septembre 1999.

[15] J. Gutierrez, Étude du vieillissement de composite verre résine en milieu marin. La construction navale en composites. IFREMER, Actes de colloques n° 15, communication n° 33, Paris, décembre 1992, pp 346-354.

[16] **HAMADI Zeyneb**, étude du comportement d'un composite verre/polyester sous sollicitations thermique, université M'Hamed BOUGARA, BOUMERDES, 2012.

[17] YU BAI, prise dans le mémoire référencié par [16]

[18] **MEZZOU Aghilas**, mémoire de fin d'étude, étude d'une sollicitation hors axe d'un composite unidirectionnel (verre/époxyde): cas de la traction, université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, 2012.

[19] Les essais mécaniques, http://joho.monsite.orange.fr/.

[20] HAMMAL Lynda, étude du comportement mécanique d'un stratifié, université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, 2009.

[21] Techniques de l'Ingénieur, Essais des plastiques renforcés, 1997.

[22] **Imen KALLEL-KAMOUN**, Analyse mécanique de l'essai de flexion par flambement postcritique, l'école centrale de Lyon, 1999.

[23] **IBRAHIM Mohamed Haisam**, élaboration de matériaux composites modèles unifilamentaires a fibres longues sic et matrice silice sol-gel et caractérisation micromécanique de l'interface, École Doctorale Matériaux de Lyon (INSA-ECL-UCBL-U. Chambéry -ENS), 1997.

[24] MARSHALL, prise dans le mémoire référencié par [23]

[25] AUSSEDAT Yahia, prise dans le mémoire référencié par [11]

[26] **THIONNET**, prise dans le mémoire référencié par [11]