

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERRI DE TIZI-OUZOU  
FACULTÉ DU GENIE DE LA CONSTRUCTION  
DÉPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



## MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES



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

### *Thème*

*Influence du vieillissement et du recyclé  
sur les caractéristiques mécaniques d'un  
matériau composite*

*Proposé et dirigé par :*  
Mme. KACIMI Fatiha

*Co-encadreur :*  
Mr. KACIMI B

*Réalisé par :*  
BOUZNAD Mohamed  
KAROU Mourad

*Promotion  
2014*



# *REMERCIEMENTS*

*Nos vifs remerciements à Mme KACIMI née TEKAL Fatiha et monsieur KACIMI Bachir pour avoir bien voulu nous encadrer.*

*Nos remerciements vont également aux membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'examiner et de juger le présent travail.*

*Nous tenons aussi à remercier vivement monsieur AMOKRANE Abdellah directeur générale de l'entreprise ISELMAN pour son aide, fourniture de la matière première, afin d'élaborer les matériaux utilisés dans notre travail.*

*Nos remerciements s'adressent également aux ingénieurs du labo, monsieur ANARIS Hamid, monsieur MAMOU et monsieur AHMED ZAID Amar.*

*Nos remerciements les plus Sincères sont à tous ceux qui ont contribué à la réussite de ce mémoire.*



# *DÉDICACES*

*Je dédie ce travail à ma chère mère et mon adorable père, qui  
mon été la source d'encouragements et d'assurance.*

*En particulier à :*

- ❖ *Mon frère : Belkacem*
- ❖ *Ma sœur*
- ❖ *Mes cousins*
- ❖ *Mes grands parents*
- ❖ *Mes oncles*
- ❖ *Mes amis(es), en particulier Krimo CHIRIFI, Malik SAIDJ,  
Youcef HADJ ALI, Moh BELKADI, Amar SIFAOUI et Zohra B*
- ❖ *Toute ma promotion*
- ❖ *Mon binôme : Mourad*

*MOHAMED*



# *DÉDICACES*

*Je dédie ce travail à mes chères parents, qui mon été la source  
d'encouragements et d'assurance.*

*En particulier à :*

- ❖ *Mes frères*
- ❖ *Mes sœurs*
- ❖ *Mes cousins*
- ❖ *Mes grands parents*
- ❖ *Mes oncles*
- ❖ *Mes amis(es), en particulier Krimo CHIRIFI, Malik SAIDJ,  
Youcef HADJ ALI, Moh BELKADI et Zohra B*
- ❖ *Toute ma promotion*
- ❖ *Mon binôme : Mohamed*

***MOURAD***

# ***SOMMAIRE***

Remerciements

Dédicaces

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des symboles

**Introduction générale** ..... 1

## **CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES**

I.1 Introduction	3
I.2 Définition	3
I.3 type des matériaux composites	4
I.3.1 Les composites grandes diffusions(GD)	4
I.3.2 Les composites hautes performances (HP)	4
I.4 Classification des matériaux composites	4
I.4.1 Classification suivant la forme des constituants	4
I.4.2 Classification suivant la nature des composants	4
I.5 Les Constituants d'un matériau composite	5
1.5.1 Matrice	5
1.5.1.1 Résines thermodurcissables	5
1.5.1.2 Résines thermoplastiques	6
1.5.1.3 Elastomères	6
I.5.2 Renforts	7
I.5.2.1 Les fibres	7
I.5.2.1.a Fibres de verre	9
I.5.2.2 Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base	10
I.5.3 Charges et additifs	11
I.5.3.1 Les charges	12

I.5. 3.1.a Charges renforçantes.....	12
I.5. 3.1.b Charges non renforçantes.....	12
I.5. 3.2 Additifs .....	12
I.6 Les stratifiés .....	12
I.6.1 Désignation des structures stratifiées .....	13
I.7 Composites sandwiches.....	14
I.7.1 Désignation des structures sandwiches .....	15
I.8 Les technologies de mise en œuvre.....	15
I.8.1 Moulage au contact .....	15
I.8.2 Moulage par projection simultanée .....	16
I.8.3 Moulage par injection de résine .....	16
I.8.4 Moulage sous vide .....	17
I.8.5 Moulage par enroulement filamentaire (ou bobinage).....	18
I.8.6 Moulage par pultrusion.....	18
I.9.Conclusion .....	19

## **CHAPITRE II : RECYCLAGE DES MATERIAUX COMPOSITES**

II.1 Introduction .....	20
II.2 Définition .....	20
II.3 Impératif du recyclage .....	20
II.4.Gisement de déchets composites à valoriser .....	21
II.4.1 Procédés mécaniques .....	22
II.4.1.1 Broyage mécanique.....	22
II.4.1.2 Recyclage en boucles fermée ou ouverte .....	22
II.4.2 Procédés thermiques .....	23
II.4.2.1 Incinération.....	23
II.4.2.1.1 Incinération en unité d’incinération des ordures ménagères (UIOM).....	23
II.4.2.1.2 Incinération industrielle des déchets industriels banals (DIB) .....	23
II.4.2.1.3 Co-incinération en cimenterie.....	24
II.4.2.2 Thermolyse / Pyrolyse.....	25
II.4.2.2.1 Thermolyse .....	25
II.4.2.2.2 Pyrolyse à haute température (Pyrolyse Gazéification Inertage).....	25
II.4.2.2.3 Traitement thermique en four à lit fluidisé .....	26

II.4.3 Procédés chimiques (solvolyse, glycolyse, acidolyse...)	27
II.5 Conclusion	27

### **CHAPITRE III : VIEILLISSEMENT DES COMPOSITES**

III. 1 Introduction	29
III. 2 Généralités sur le vieillissement	29
III.2. 1 Vieillissement naturel	29
III.2. 2 Vieillissement accéléré	29
III.3 Comportement des structures composites exposées à un fluide	29
III.3.1 Introduction aux modèles de diffusion	30
III.3.2 Influence du taux d'humidité relative	33
III.3.3 Influence de la température	34
III.4 Dégradation des propriétés physico-chimiques	35
III.4.1 Vieillissement physique	35
III.4.2 Vieillissement chimique	36
III.4.3 Dégradation de l'interface fibre-matrice	38
III.4.4 Dégradation des fibres	39
III.5 Evolution des propriétés en flexion	39
III.6 Corrélation entre vieillissement naturel et accéléré	40
III.7 Conclusion	41

### **CHAPITRE.IV : ESSAIS MECANQUES ET ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES**

IV.1 Introduction	42
IV.2 Essais mécaniques	42
IV.2.1 Essais statiques	42
IV.2.1.1 Essai de traction	42
IV.2.1.2 Essai de compression	45
IV.2.1.3 Essai de flexion	46
IV.2.1.4 Essai de cisaillement	49
IV.2.1.5 Essais de dureté	49
IV.2.2 Essais dynamiques	51
IV.2.2.1 Essai de résilience	51

IV.2.2.2 Essai de fatigue.....	53
IV.2.3 Vieillissement .....	54
IV.3 Mécanismes d'endommagement des composites.....	55
IV.3.1 Les différentes échelles d'observation de l'endommagement .....	55
IV.3.2 Mécanisme de rupture dans un composite .....	56
IV.3.2.1 Rupture de fibre.....	56
IV.3.2.2 Fissuration matricielle.....	57
IV.3.2.3 Décohésion fibre-matrice .....	58
IV.3.3 Endommagements des composites stratifiés.....	59
IV.3.3.1 Modes de rupture.....	59
IV.3.3.2 Les fissurations.....	59
IV.3.3.3 Cas d'un stratifié croisé soumis à une traction dans la direction $0^\circ$ .....	61
IV.3.3.4 Cas d'un stratifié croisé $\pm 45^\circ$ , soumis à une traction longitudinale dans la direction $0^\circ$ .....	62
IV.5 Conclusion .....	63

## **CHAPITRE V : EXPÉRIMENTATION**

V.1 Introduction .....	64
V.2 Matériau de l'étude.....	64
V. 2.1 Constituants des matériaux.....	64
V.3 Procédé d'élaboration des éprouvettes .....	66
V.3.1 Géométrie des éprouvettes .....	67
V.4 Essai de perte au feu (calcination).....	68
V.4.1 Principe de l'essai.....	68
V.4.2 Matériel utilisé.....	69
V.5 Essai de vieillissement .....	71
V.5.1 Conditions de vieillissement .....	71
V.5.2 Déroulement de l'essai.....	72
V.6 Essai de flexion trois points .....	76
V.6.1 Machine de flexion utilisée .....	77
V.6.2 Résultats des essais de flexion trois points .....	78
V.6.3 Analyse et comparaison des résultats de flexion trois points.....	86
V.7 Essai de microdureté.....	89

V.7.1 Microdureté Knoop.....	90
V.8 Conclusion.....	92
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>93</b>

# ***LISTE DES FIGURES***

## **CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES**

Figure I.1 : Constituants d'un matériau composite .....	3
Figure I.2 : différentes familles de matrice.....	5
Figure I.3 : les principaux matériaux de renfort.....	7
Figure I.4 : Chaîne et trame d'un tissu.....	8
Figure I.5 : Les principaux types d'armures utilisés pour le tissage des tissus .....	8
Figure I.6 : Tissages cylindrique et conique .....	9
Figure I.7 : Tissus multidirectionnels .....	9
Figure I.8 : Stratifié constitué de couches parfaitement liées .....	13
Figure I.9 : Désignations du stratifié.....	14
Figure I.10 : Matériaux sandwiches .....	14
Figure I.11 : Désignations d'une âme nid d'abeilles.....	15
Figure I.12. Principe du moulage au contact .....	16
Figure I.13 : Principe du moulage par projection simultanée.....	16
Figure I.14 : Moulage par injection de résine .....	17
Figure I.15 : Moulage sous vide .....	17
Figure I.16 : Moulage par enroulement filamentaire circonférentiel.....	18
Figure I.17 : Moulage par pultrusion.....	18

## **CHAPITRE II : RECYCLAGE DES MATERIAUX COMPOSITES**

Figure II.1: Procédés de recyclage et de valorisation des matériaux composites organiques.....	21
Figure II.2 : Principe du procédé de co-incinération de composites en cimenterie .....	24

## **CHAPITRE III : VIEILLISSEMENT DES COMPOSITES**

Figure III.1 : Plaque de dimensions infinies soumise à une diffusion uniaxiale .....	31
Figure III.2 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickienne.....	32

Figure III.3 : Prise de masse à saturation $M_s$ en fonction du taux d'humidité relative pour une résine époxydique .....	34
Figure III.4 : Pénétration d'un solvant dans un polymère .....	36
Figure III.5 : Réaction d'hydrolyse .....	37
Figure III.6 : Processus de coupure statistique des squelettes macromoléculaires .....	37
Figure III.7 : Modèle schématique du processus d'osmose.....	38
Figure III.8 : Evolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en fonction de la température d'immersion .....	40
Figure III.9 : Courbe de vieillissement « échelle semi –logarithmique » .....	41

## **CHAPITRE IV : ESSAIS MECANQUES ET ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES**

Figure IV.1 : Essai de traction longitudinale .....	43
Figure IV.2 : Essai de traction transversale .....	44
Figure IV.3 : Traction hors axes .....	44
Figure IV.4 : Essai de compression .....	45
Figure IV.5 : Dispositif d'essai et dimensions de flexion trois points .....	46
Figure IV.6: Essai de flexion quatre points .....	47
Figure IV.7: Schéma de principe de l'essai de flambement.....	48
Figure. IV.8 : Principe de durté brinell.....	51
Figure IV.9 : Essai de résilience .....	52
Figure IV.10.: Forme des éprouvettes en U et en V.....	53
Figure IV.11: Les différentes échelles d'observation de l'endommagement: illustration sur stratifié .....	56
Figure IV.12 : rupture de fibre .....	57
Figure IV.13: Rupture de la matrice .....	57
Figure IV.14: Modes de fissuration de la matrice.....	58
Figure IV.15 : Décohésion fibre-matrice.....	58
Figure IV.16 : Modes de sollicitation en mécanique de la rupture .....	59
Figure IV.17 : Différentes types de fissuration au sein d'un composite stratifié .....	60
Figure IV.18 : Mécanismes de rupture observés dans les stratifiés .....	61
Figure IV.19 : Stratifiée croise soumis à une traction dans la direction $0^\circ$ .....	62

Figure IV.20 : Rupture en présence d'un trou d'un composite $[0^\circ/90^\circ]_{2S}$ à fibres de carbone. (a) Rupture macroscopique au droit de trou. (b) Bord de l'éprouvette loin du trou : les couches à $90^\circ$ sont micro-fissurées .....	62
Figure IV.21 : Stratifié croisé $45^\circ$ soumis à une traction dans la direction $0^\circ$ .....	62
Figure IV.22 : Rupture d'un composite $[\pm 45^\circ]_{2S}$ à fibres de carbone .....	63

## **CHAPITRE V : PARTIE EXPERIMENTALE**

Figure V.1 : Domaine d'utilisation du matériau composite .....	64
Figure V.2 : Les différents renforts utilisés .....	64
Figure V.3 : Recyclé sans gel-coat(RI), Recyclé avec gel-coat(RII).....	65
Figure V.4 : Opérations de : découpe, récupération, triage et broyage des déchets .....	65
Figure V.5 : Procédé d'élaboration des différents échantillons (Moulage au contact) .....	67
Figure V.6 : Architecture du tissu taffetas $800g/m^2$ .....	67
Figure V.7 : Géométrie des éprouvettes .....	68
Figure V.8: (a) pesé à vide, (b) pesé avec échantillon, (c) pesé après calcination, (d) le creuset et les échantillons après calcination .....	69
Figure V.9: (a) Creuset, (b) Four, (c) balance de précision $10^{-5}$ .....	69
Figure V.10 : Les échantillons après calcination .....	70
Figure V.11 : Balance de précision $10^{-4}g$ .....	72
Figure V.12 : Cinétique d'absorption du lot A .....	73
Figure V.13 : Cinétique d'absorption du lot B .....	73
Figure V.14 : Cinétique d'absorption du lot C .....	74
Figure V.15 : Cinétique d'absorption du lot D .....	74
Figure V.16 : Comparaison des cinétiques d'absorption entre les lots .....	75
Figure V.17 : Machine et dispositif d'essai de flexion trois points .....	77
Figure V.18 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AC3 .....	79
Figure V.19 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AC8 .....	79
Figure V.20 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AT3.....	80
Figure V.21 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BC2.....	81
Figure V.22 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BC6.....	81
Figure V.23 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BT1 .....	82
Figure V.24 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CC3.....	83
Figure V.25 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CC7.....	83
Figure V.26 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CT2.....	84

Figure V.27 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DC3 .....	85
Figure V.28 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DC7 .....	85
Figure V.29 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DT1 .....	86
Figure V. 30 : Eprouvettes rompues en flexion trois points .....	87
Figure V.31 : Influence de l'anisotropie sur les contraintes à la rupture $\sigma_r$ pour tous les lots .....	88
Figure V.32 : Influence de l'anisotropie sur le module d'élasticité E pour tous les lots ....	88
Figure V.33 : influence du vieillissement sur les contraintes à la rupture $\sigma_r$ pour tous les lots .....	89
Figure V.34 : influence du vieillissement sur les modules d'élasticité E pour tous les lots .....	89
Figure V.35 : Duromètre et empreinte Knoop .....	90
Figure V.36 : Comparaison des résultats de la microdureté pour différents lots.....	91

# ***LISTE DES TABLEAUX***

## **CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES**

Tableau I.1 : Caractéristiques des résines thermodurcissables .....	6
Tableau I.2 : Caractéristiques générales des différents types de verres textiles .....	10
Tableau I.3 : principales caractéristiques mécaniques des fibres de base .....	11

## **CHAPITRE IV. ESSAIS MECANIQUES ET ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES**

Tableau IV.1 : différentes méthodes de mesure de la dureté.....	50
---	----

## **CHAPITRE V : EXPÉRIMENTATION**

Tableau V.1 : Différents lots d'éprouvettes d'essais.....	66
Tableau V.2 : Résultats de l'essai de perte pour le lot A.....	70
Tableau V.3 : Résultats de l'essai de perte pour le lot B.....	70
Tableau V.4 : Résultats de l'essai de perte pour le lot C.....	71
Tableau V.5 : Résultats de l'essai de perte pour le lot D.....	71
Tableau V.6 : Valeurs de coefficient de diffusion D et de taux d'absorption $W_{\infty}$ .....	76
Tableau V.7 : Caractéristiques mécaniques du lot AC non vieilli .....	78
Tableau V.8 : Caractéristiques mécaniques du lot AC vieilli.....	79
Tableau V.9 : Caractéristiques mécaniques du lot AT .....	80
Tableau V.10 : Caractéristiques mécaniques du lot BC non vieilli .....	80
Tableau V.11 : Caractéristiques mécaniques du lot BC vieilli .....	81
Tableau V.12 : Caractéristiques mécaniques du lot BT .....	82
Tableau V.13 : Caractéristiques mécaniques du lot CC non vieilli .....	82
Tableau V.14 : Caractéristiques mécaniques du lot CC vieilli .....	83
Tableau V.15 : Caractéristiques mécaniques du lot CT .....	84
Tableau V.16 : Caractéristiques mécaniques du lot DC non vieilli .....	84
Tableau V.17 : Caractéristiques mécaniques du lot DC vieilli.....	85
Tableau V.18 : Caractéristiques mécaniques du lot DT .....	89
Tableau V.19 : Résultats de la microdureté pour les différents lots testés.....	91

## ***LISTE DES SYMBOLES***

- E : Module d'Young [MPa].
- $G_{xy}$  : Le module de cisaillement [MPa].
- $\nu_{LT}$  : Coefficient de poisson longitudinal.
- $\nu_{TL}$  : Coefficient de poisson transverse.
- $\sigma$  : La contrainte normale [MPa].
- $\sigma_r$  : Contrainte à la rupture [MPa].
- $\sigma_e$  : La Contrainte d'élasticité [MPa].
- $\varepsilon$  : La déformation relative.
- $\varepsilon_r$  : La déformation à la rupture.
- $\varepsilon_e$  : La déformation élastique.
- $\tau$  : Contrainte de cisaillement [MPa].
- Pr : Charge à la rupture [N].
- F : La charge [N].
- fr : Flèche mesurée à la rupture [mm].
- W : Taux d'absorption [%].
- D : Coefficient de diffusion [%/h].
- $M_f$  : Fractions massique des fibres(%).
- $M_m$  : Fractions massique de la matrice(%).
- f : Flèche mesurée au cours de l'essai pour chaque charge [mm].
- L : distance entre appuis [mm].

## ***INTRODUCTION GENERALE***

De nos jours, les pièces en matériaux composites à matrice polymère occupent une place grandissante dans notre univers quotidien selon qu'il s'agisse de la construction automobile, navale ou aéronautique...leur pénétration dans ces secteurs est dû aux nombreux avantages qu'ils présentent, à savoir, la légèreté, le coût, la résistance, la facilité de mise en œuvre. Ainsi, ils permettent de répondre à des besoins parfois contradictoires que les matériaux classiques ne peuvent satisfaire.

Les matériaux composites offrent des propriétés très intéressantes pour la fabrication des pièces structurales. Mais, comme toute application industrielle, la question de leur durabilité se pose. Cela implique la conservation des caractéristiques fonctionnelles du produit qui, en service, sera soumis à diverses sollicitations mécaniques et environnementales.

Afin de répondre aux préoccupations environnementales et la menace des pressions réglementaires, nous avons mené une étude de valorisation des déchets composites de l'entreprise ISELMAN (spécialisée dans la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance) issus des différents produits de fabrication.

Pour ce faire, nous avons élaboré des nouveaux matériaux contenant une couche de recyclé obtenu par broyage mécanique, puis étudié expérimentalement le comportement d'un matériau composite à matrice polyester insaturée et fibres de verre de type E. Ce dernier est préparé par le procédé de moulage au contact et utilisé dans la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance. Cette étude a pris en compte l'influence du recyclé dans une stratification avant et après vieillissement naturel dans l'eau de mer. Il s'agit de définir certaines propriétés mécaniques et physico-chimiques (le module de Young, la résistance élastique, la résistance à la rupture, la dureté, le taux d'absorption d'eau, le Coefficient de diffusion ...) et de justifier après l'expérimentation le choix de type de matériaux qui conviennent le mieux.

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 sur le sujet, vient la première partie composée de quatre chapitres, dans le premier nous présentons des généralités sur les matériaux composites, leurs constitutions ainsi que leur technologie de mise en œuvre. Le deuxième chapitre est consacré au recyclage des composites, où les différentes stratégies et technologies de recyclage sont détaillées. Dans le chapitre trois, nous avons mis l'accent sur l'aspect théorique du vieillissement des matériaux composites à matrice polymère, où les différentes cinétiques d'absorption sont présentées. Nous terminons cette première partie, par une présentation des essais mécaniques et des différents mécanismes d'endommagement des composites ainsi que le comportement de ces matériaux en fatigue.

Dans la partie expérimentale, nous avons présenté les différents essais effectués pour caractériser nos matériaux, à savoir : le vieillissement par des essais d'absorption de l'eau de mer, les essais de flexion trois points, les essais de microdureté Knoop et l'essai de perte au feu (calcination). Nous présenterons les résultats obtenus et une discussion de ces derniers sera donnée.

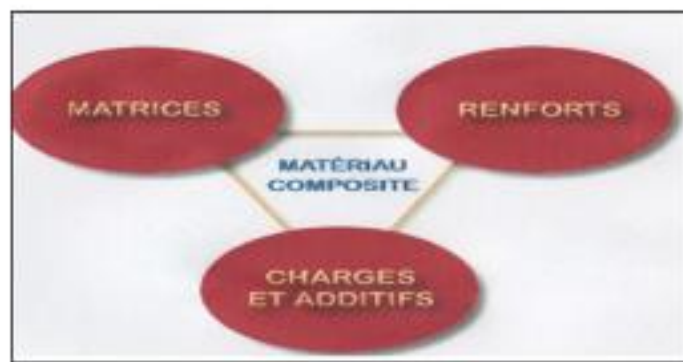
Nous terminerons par une conclusion générale qui débouchera sur des recommandations futures de ce thème de travail.

**I.1 Introduction**

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de forme. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leur propriété mécanique et chimique. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et pour certains d'autre eux, une bonne isolation électrique, ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Ces caractéristiques leur permettent de concurrencer les métaux traditionnels, grâce justement aux possibilités qu'ils offrent et de réaliser un matériau spécifiquement adapté aux performances demandées d'optimiser le couple prix- performance contrairement au métal ou du bois qui doivent s'adapter à l'usage que l'on veut en faire.

**I.2 Définition**

Un matériau composite est l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles de natures différentes, et dont les qualités se complètent afin d'obtenir un matériau hétérogène et fortement anisotrope dont les performances sont supérieures à celle de ses constituants de base, ou mieux encore, par effet de synergie. Les matériaux composites ne sont pas alliés, mais associés.



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

### **I.3 Types des matériaux composites**

On distingue, généralement, deux grandes familles :

#### **I.3.1 Les composites grandes diffusions (GD)**

Représentent 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort avoisinant 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'existe pas ou n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes.

Les principaux constituants de base sont des résines polyesters (95% des résines thermodurcissables) avec des fibres de verre (plus de 99% des renforts utilisés). Les renforts et les matrices sont à des coûts voisins [1].

#### **I.3.2 Les composites hautes performances (HP)**

Principalement utilisés dans l'aéronautique, et sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Les taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont des renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux GD. Des méthodes de calcul de structures et d'homogénéisation ont été développées sur les HP.

### **I.4 Classification des matériaux composites**

La classification des matériaux composites peut se faire suivant la forme des constituants ou suivant leur nature [2].

#### **I.4.1 Classification suivant la forme des constituants**

Selon la forme des constituants on distingue deux grandes catégories de composites:

- composites à fibres ;
- composites à particules.

#### **I.4.2 Classification suivant la nature des composants**

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés en trois catégories :

- composites à matrice organique
- composites à matrice métallique
- composites à matrice minérale

## **I.5 Les Constituants d'un matériau composite**

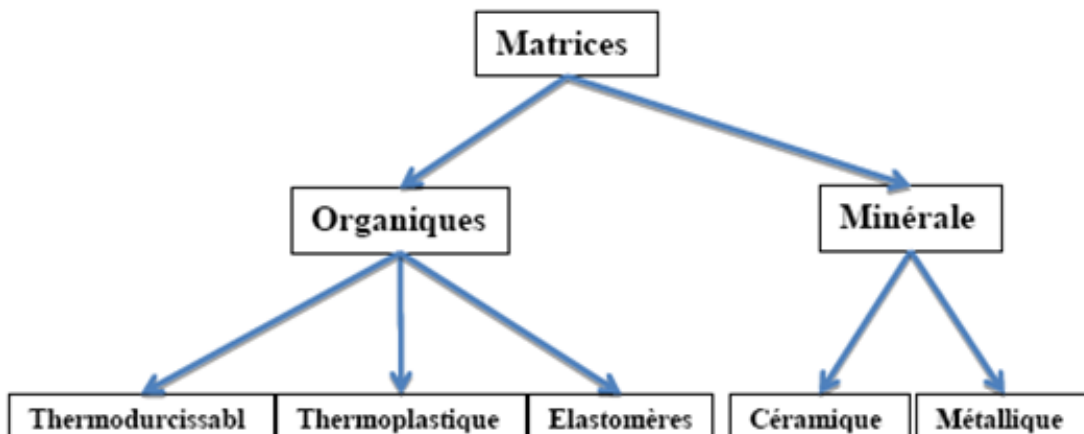
Il est constitué de deux constituants de base :

- la matrice ;
- le renfort.

### **1.5.1 Matrice**

Cette phase est indispensable à la liaison des divers éléments constitutifs. Son rôle est de lier les renforts et répartir les efforts dans le matériau. Elle assure en outre la protection du renfort et donne la forme au produit réalisé ; pour les composites plastiques, elle est par définition un polymère ou une résine organique.

Le choix de la matrice dépend de l'utilisation à laquelle est destinée le matériau composite. On distingue donc plusieurs familles de matrices de la figure I.2 [3].



**Figure I.2 :** différentes familles de matrice.

#### **I.5.1.1 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 (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les exemples de résines thermodurcissables classiquement rencontrées sont 914, 5208, 70, LY556 [4].

Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible. Ces caractéristiques sont présentées dans le tableau I.1.

<b>résines</b>	<b>T<sub>f</sub> (°C)</b>	<b>ρ(Kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>ε<sub>t</sub><sup>R</sup>(%)</b>	<b>σ<sub>t</sub><sup>R</sup>(MPa)</b>	<b>σ<sub>c</sub><sup>R</sup>(MPa)</b>	<b>E (GPa)</b>
<b>polyesters</b>	60 à 100	1 140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2,8 à 3,6
<b>phénoliques</b>	120	1 200	2,5	40	250	3 à 5
<b>époxydes</b>	290	1 100 à 1 500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

**Tableau I.1 :** Caractéristiques des résines thermodurcissables.

### **I.5.1.2 Résines thermoplastiques**

Ils sont des polymères à chaîne linéaire, très répandus et peu coûteux (polyéthylène, polystyrène, polyéther cétone). Ces résines peuvent être modifiées plusieurs fois suite à des chauffages et refroidissements cycliques. Elles sont fréquemment utilisées seules, sans renfort et sans charges, dans ce cas il ne s’agit plus de matériaux composites. Leurs propriétés intrinsèques sont suffisantes pour permettre la réalisation d’objets, de pièces à fonctions diverses, supports, mécanismes, emballages. Elles sont appelées communément les plastiques [5].

### **I.5.1.3 Elastomères**

Parmi les résines à usages spécifiques, nous trouvons également les élastomères. En effet ce sont des polymères à chaînes linéaires et de haute masse moléculaire. Les élastomères sont caractérisés aussi par leurs importantes déformations élastiques ; cependant, ce comportement des élastomères dépend de leur degré de réticulation (le caoutchouc vulcanisé est un exemple typique des élastomères) [6].

### I.5.2. Renforts

Ils sont de nature filamentaire ; ils constituent l'armature ou le squelette du matériau composite avec une fraction volumique de (30 à 70%). Ils sont destinés à améliorer ou assurer la tenue mécanique (rigidité, résistance à la rupture, à la traction) telle que cette dernière est proportionnelle au rapport longueur /diamètre (l/d) [7].

Les différents types de fibres sont :

- fibres de verre ;
- fibres de carbone ;
- fibres aramides ;
- fibres céramiques et métalliques.
- Les principaux matériaux de renfort sont représentés dans la figure I.3.

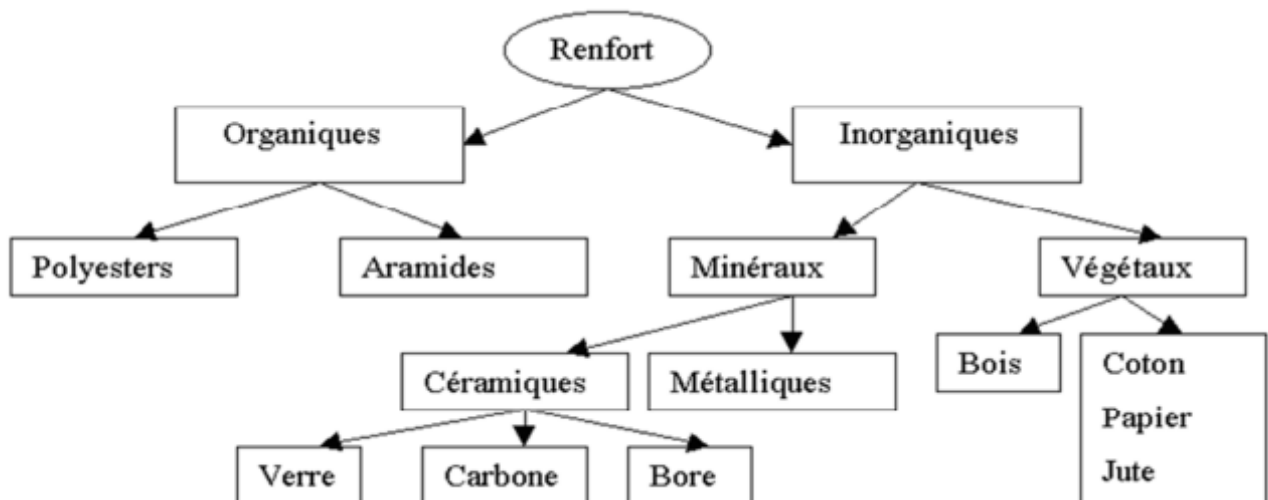


Figure I.3 : les principaux matériaux de renfort.

#### I.5.2.1 Les fibres

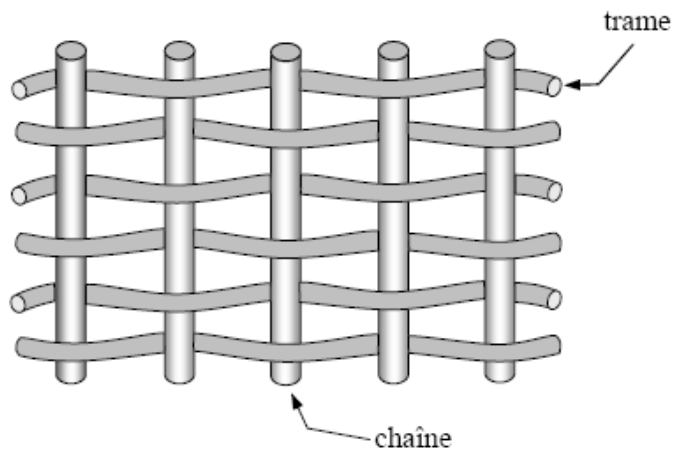
Les fibres se présentent sous forme de filaments, qui apportent les propriétés mécaniques intéressantes à la structure composite. Les caractéristiques recherchées sont : bonne caractéristique mécanique, légèreté, résistance thermique, compatibilité avec les résine, adaptabilité aux procédés de mise en œuvre et faible prix.

Les fibres se présentent sous diverses formes commerciales :

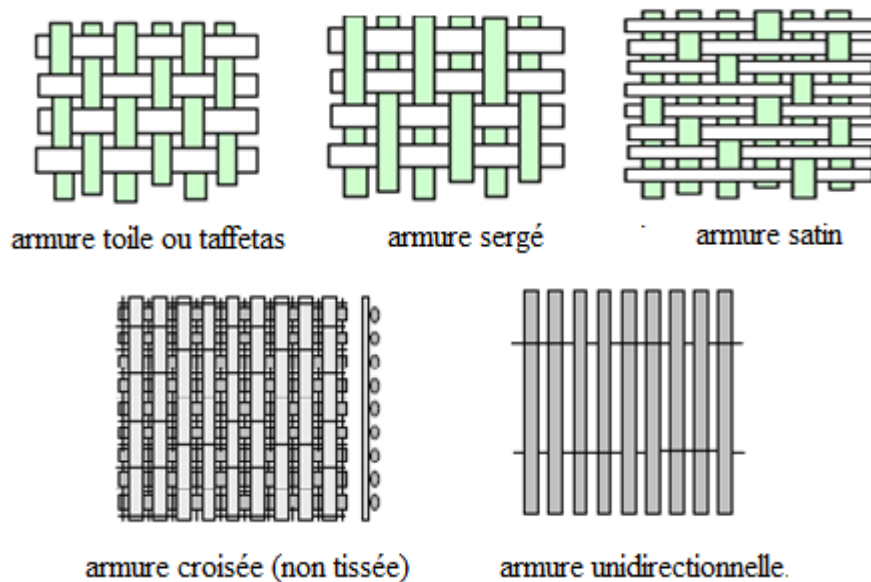
- linéique (fils, mèches, etc.),
- de tissus surfaciques (tissus simples, mats, etc.),
- multidirectionnelle (tresses, tissus complexes, etc.).

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].

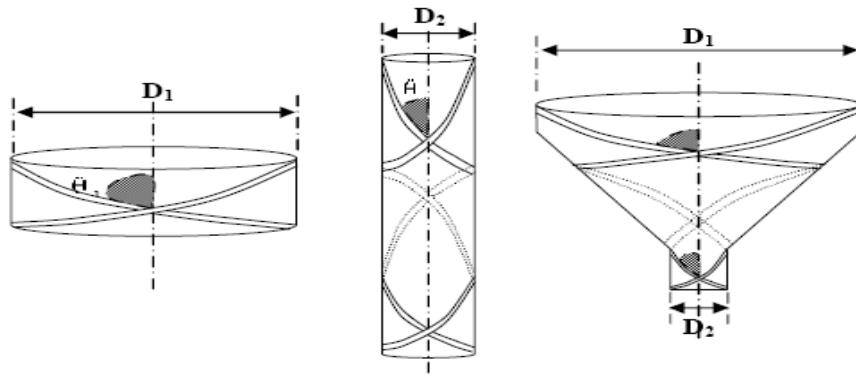
Les figures I.4, I.5, I.6 et I.7 ci-dessous montre les différents types de tissage.



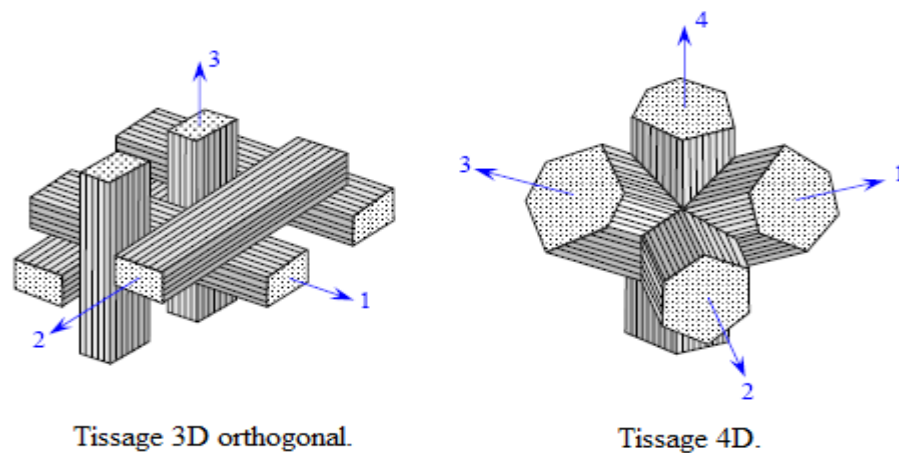
**Figure I.4.** Chaîne et trame d'un tissu.



**Figure I.5 :** Les principaux types d'armures utilisés pour le tissage des tissus.



**Figure 1.6 :** Tissages cylindrique et conique.



Tissage 3D orthogonal.

Tissage 4D.

**Figure I.7 :** Tissus multidirectionnels.

### I .5.2.1.a Fibres de verre

Les files de verre constituent le renfort essentiel pour les matériaux composites de grande diffusion. Elles sont fabriquées à partir d'un mélange à base de silice ( $\text{SiO}_2$ ), alumine, chaux, magnésie, etc. En effet, ce mélange fondu est maintenu dans des filières (sortes de bacs réalisées en alliage de platine, rhodium), chauffées par effet joule, à environ  $1200^\circ\text{C}$ . A cette température, la viscosité de verre permet un écoulement par gravitation. A la sortie de la filière percée à sa base, le verre est simultanément étiré à grande vitesse et refroidi [8].

Les conditions de refroidissement et de vitesse d'étirage (environ 60 m/s), permet d'obtenir soit des filaments continus, soit des fibres discontinus, de diamètre généralement compris entre 5 et 15  $\mu\text{m}$ .

Il existe deux procédés d'étirage, conduisant chacun à un type déterminé de fils : étirage mécanique et étirage pneumatique.

Suivant leurs compositions, différents types de verres filables peuvent être obtenues sont représentés dans le tableau (I.2).

<b>Différents types de verres textiles</b>	
<b>Type</b>	<b>Indications générales</b>
<b>E</b>	A usage général ; bonnes propriétés électriques
<b>D</b>	Hautes propriétés diélectriques
<b>A</b>	Haute teneur en alcali
<b>C</b>	Bonne résistance chimique
<b>S, R</b>	Haute résistance mécanique

**Tableau I.2 :** Caractéristiques générales des différents types de verres textiles.

### **I .5.2.2 Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base**

Les principales caractéristiques mécanique des fibres de base sont représentées dans le tableau I.3 [9].

Fibre	Densité $\rho$ en Kg/m <sup>3</sup>	Charge de rupture en traction En MPa	Charge de rupture en compressi on MPa	Allongem- ent à la rupture En %	Module d'élasticité longitudin ale en MPa	Diamètre du filament élémentaire En $\mu\text{m}$
Verre E	2.54	3400	1200	4.8	73 000	3 – 30
Verre R	2.48	4400	1300	5.4	86 000	3 – 30
Aramide Bas module	1.45	3100	500	2	70 000	12
Aramide haut module	1.45	3100	500	1	130 000	12
Carbone haute ténacité	1.78	2800	1800	0.5	200 000	8
Carbone Haut module	1.8	2200	1300	-	400 000	8
Bore	2.63	3500	3500	0.8	400 000	100 – 200
Acier XC10	7.85	1000	-	-	210 000	-
Aluminium	2.63	358	-	-	69 800	-

**Tableau I.3 :** Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base.

### **I .5.3 Charges et additifs**

Différents produits peuvent être incorporés à la résine pour lui conférer des caractéristiques particulières ou en réduire le coût. La quantité des produits ajoutés peut varier de :

- quelques dizaines de % dans le cas de charges ;
- à quelques % et moins dans le cas d'additifs.

L'addition de ces produits a pour fonction soit d'améliorer les caractéristiques mécaniques et physiques du produit fini, soit d'en faciliter la mise en œuvre. Nous donnons dans ce paragraphe des exemples de charges et d'additifs [2].

### **I.5.3.1 Les charges**

#### **I.5.3.1.a Charges renforçantes**

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en :

- charges sphériques ;
- charges non sphériques.

#### **I.5.3.1.b Charges non renforçantes**

Les charges non renforçantes ont pour but soit la diminution du coût des résines tout en conservant leurs performances, soit l'amélioration de certaines propriétés des résines.

### **I.5.3.2 Additifs**

Des additifs, de type colorant ou agent de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [4].

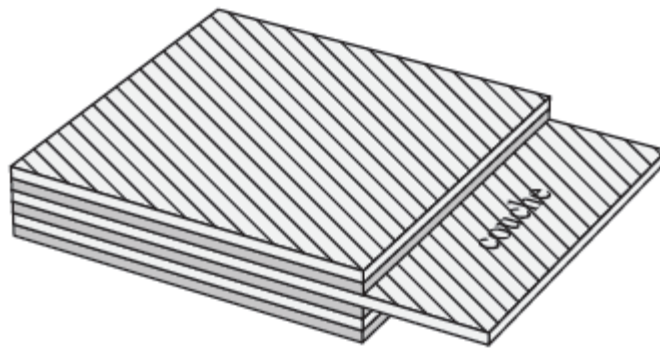
Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- lubrifiants et agents de démoulage,
- pigments et colorants,
- agents anti-retrait,
- agents anti-ultraviolets.

## **I.6 Les stratifiés**

Les structures composites stratifiées sont constituées de couches successives de renforts imprégnés de résines (figure I.8). Les couches sont également nommées plis. Les structures stratifiées réalisées à partir de matériaux composites sont constituées d'empilements de nappes unidirectionnelles ou bidirectionnelles. Ces nappes sont

formées de renforts en fibres longues liées par de la résine. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La résine assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir [4].



**Figure I.8** : Stratifié constitué de couches parfaitement liées.

### I.6.1 Désignation des structures stratifiées

Les structures stratifiées à base de tissus unidirectionnels sont constituées d'un grand nombre de couches ou plis. L'épaisseur d'une couche dépend de son grammage. L'épaisseur de chacune des couches est généralement très faible, de l'ordre de 0,125 mm pour un matériau carbone époxy de type Aéronautique et 0,3 mm pour ceux qui sont utilisés dans l'Industrie Nautique. Ces structures stratifiées sont constituées de couches unidirectionnelles avec des fibres orientées de façon différente d'une couche à l'autre afin d'obtenir les propriétés mécaniques souhaitées pour la structure finale [4].

La désignation des structures stratifiées est délicate car il faut préciser les axes de référence. Un stratifié est codifié de la façon suivante :

- chaque couche est désignée par un nombre indiquant la valeur en degré de l'angle que fait la direction des fibres avec l'axe de référence  $x$ . Sur les figures I.9(a) et I.9(b), les couches sont représentées décalées les unes par rapport aux autres. La structure stratifiée est décrite de bas en haut ;
- les couches sont nommées successivement entre crochet en allant de la face inférieure à la face supérieure. Les couches successives sont séparées par le symbole « / » comme l'exemple de la figure I.9(a) :  $[-45/45/-45/-45/45/-45]$  ;

- les couches successives d'un même matériau et de même orientation sont désignées par un indice numérique, comme l'exemple de la figure I.9(b) :  $[0/45_2/90/-45_2/0]$  ;
- en cas de stratification hybride (différents matériaux dans un même stratifié), il faut préciser par un indice la nature de la couche ;
- en cas de structures symétriques, la moitié est codifiée et le symbole  $s$  indique la symétrie:  $[-45/45/-45/-45/45/-45]$  devient  $[-45/45/-45]_s$  et  $[0/45/45/90/-45/-45/0]$  devient  $[0/45_2/90/-45_2/0]$ .

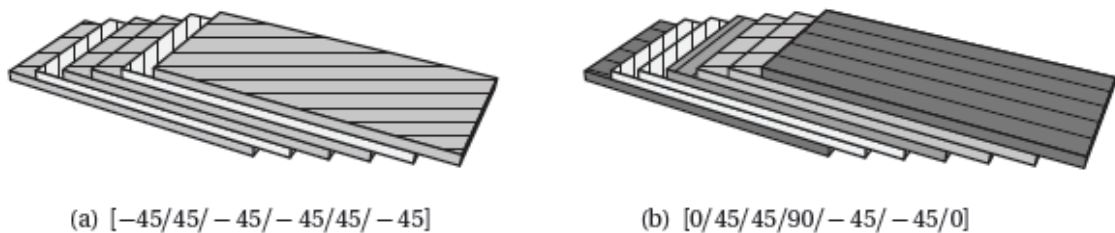


Figure I.9 : Désignations du stratifié.

### I.7 Composites sandwiches

Une structure sandwich résulte de l'assemblage par collage ou par soudure de deux revêtements ou peaux minces sur une âme ou cœur plus léger (Figure I.10) qui maintient leur écartement [10].

Les âmes peuvent être pleines (bois, mousse, etc.) ou creuses (alliages métalliques légers, papiers, etc.). Les peaux sont de stratifiés ou des feuilles d'alliages légers (figure I.10).

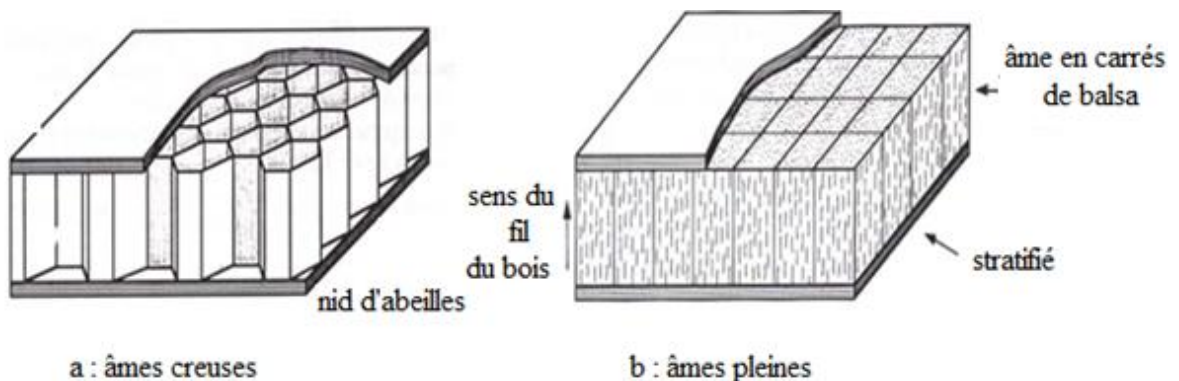


Figure I.10 : Matériaux sandwiches.

### I.7.1 Désignation des structures sandwiches

Les âmes les plus utilisées sont de type nid d'abeilles, âme ondulée ou mousse. Les peaux sont généralement constituées de structures stratifiées. Une âme nid d'abeilles est présentée sur la figure I.11.

Ces structures ont une grande rigidité en flexion et torsion. L'âme de la structure sandwich résiste principalement aux contraintes de cisaillement et de compression hors plan, les peaux inférieures et supérieures supportent quant à elles les efforts dans leur plan [4].

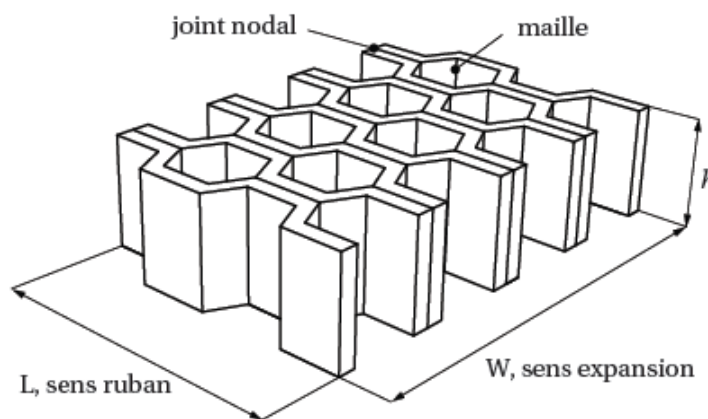


Figure I.11 : Désignations d'une âme nid d'abeilles

## I.8 Les technologies de mise en œuvre

Les techniques de fabrication jouent un rôle dans les composites car chacune des opérations influe de manière irréversible sur le résultat final. Les procédés les plus importants sont :

### I.8.1 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 et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [11]. (Figure I.12)

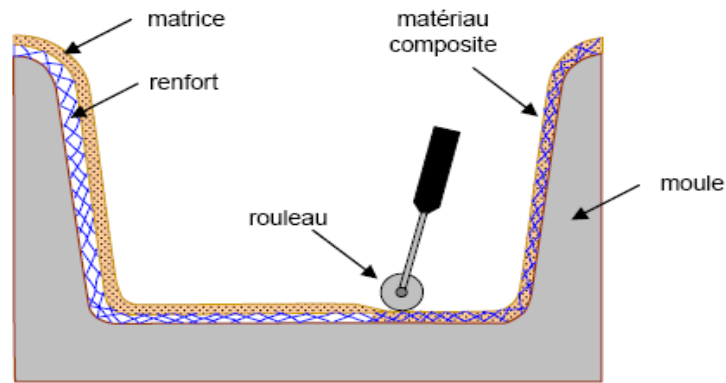


Figure I.12. Principe du moulage au contact.

### I.8.2. Moulage par projection simultanée

Le moulage est effectué par projection simultanée de fibres coupées et résine catalysée sur un moule. L'équipement à projeter est constitué d'une machine à couper le stratifil et d'un pistolet projetant la résine et les fibres coupées, l'ensemble fonctionnant par air comprimé. La couche de fibres imprégnées de résine est ensuite compactée et débarrassée des bulles au rouleau cannelé [2].(Figure I.13)

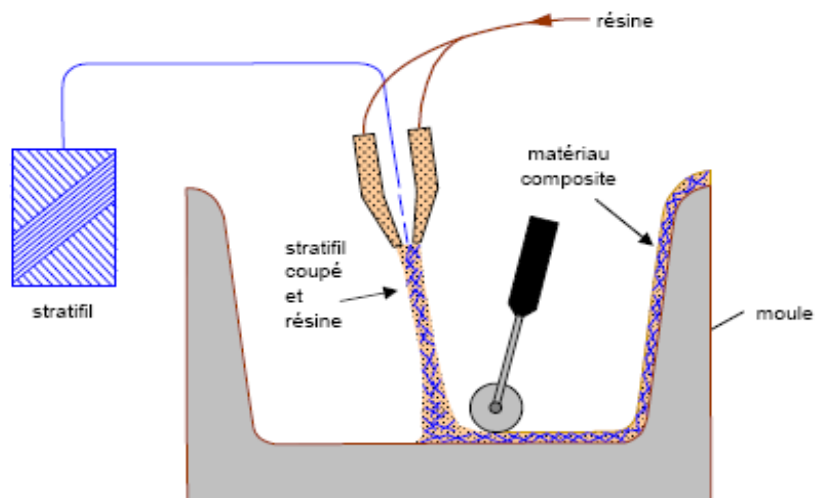


Figure I.13 : Principe du moulage par projection simultanée.

### I.8. 3. Moulage par injection de résine

Le moulage consiste, par injection de résine sous pression, à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation automatique des résines élimine leur manipulation. La proportion de renfort peut être élevée, d'où l'obtention de pièces à caractéristiques mécaniques élevées.

Ce procédé de moulage convient à la réalisation de pièces profondes et de formes compliquées [2]. (Figure I.14).

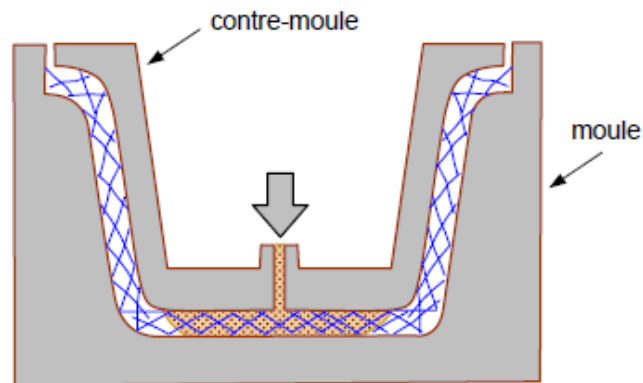


Figure I.14 : Moulage par injection de résine.

#### I.8.4. Moulage sous vide

Ce procédé de moulage convient pour la fabrication de pièces en petites et moyennes séries, Il permet d'obtenir de bonnes qualités mécaniques ; grâce a une proportion de résine uniforme et a une diminution d'air (figure I.15).

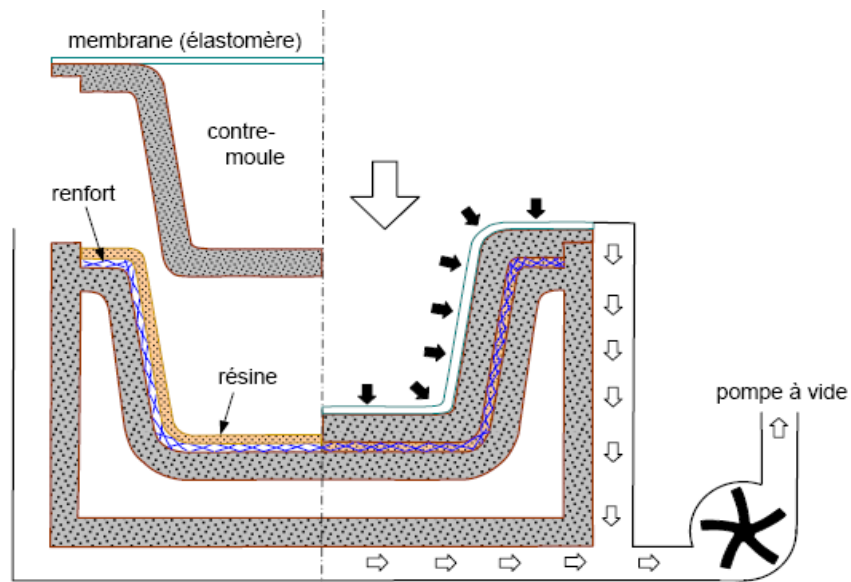
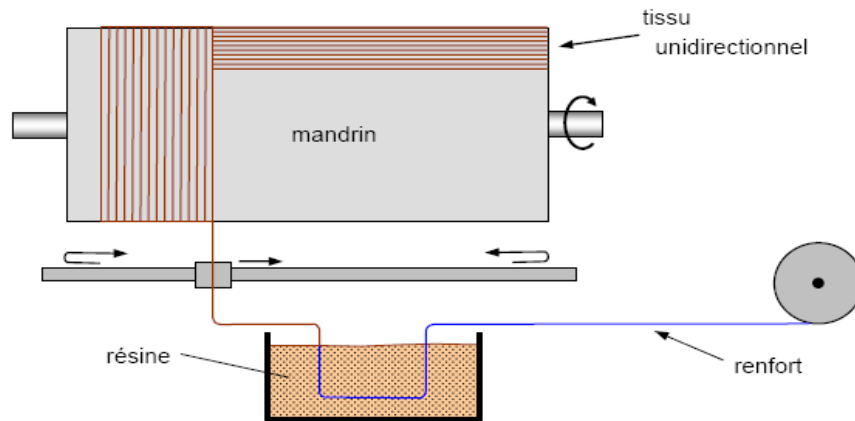


Figure I.15 : Moulage sous vide.

**I.8.5. Moulage par enroulement filamentaire (ou bobinage)**

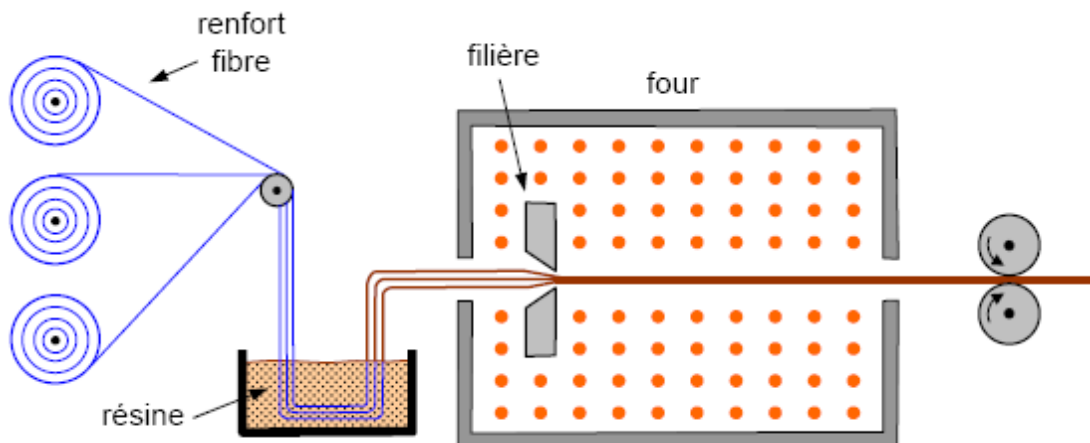
Technologie pour les HP. Le principe consiste en un enroulement sous tension sur un mandrin tournant autour de son axe de fibres continues préalablement imprégnées d'un liant (Figure I.16).



**Figure I.16 :** Moulage par enroulement filamentaire circonférentiel

**I.8.6. Moulage par pultrusion**

Utilisation pour les composites hautes performances industrielles. Le principe est : tirage, mise en forme et polymérisation de fibres continues imprégnées (figure I.17).



**Figure I.17 :** Moulage par pultrusion

**I.9 Conclusion**

Maintenant nous remarquons une avancée étonnante de l'emploi de ces matériaux nouveaux. Il ne s'agit pas d'un hasard mais d'un développement étudié judicieusement, vu les besoins dans les divers domaines techniques, économiques et chimiques que ces matériaux révolutionnaires ont apportés par rapport aux matériaux traditionnels. Toutefois, la difficulté de recyclage de ces matériaux composites à matrices thermosettable constitue un frein à leur pénétration plus large dans le domaine industriel, à cet effet différentes solutions proposées à cet égard sont présentées dans le chapitre II.

**II.1 Introduction**

Les matériaux composites à matrice polymère sont utilisés de longue date à grande échelle dans des applications industrielles variées (transport, bâtiment ...). Leur recyclabilité, perçue comme étant difficile ou pour le moins perfectible du fait de leur hétérogénéité et du recours encore fréquent à des matrices thermodurcissables (infusibles après fabrication), peut toutefois constituer un frein à leur pénétration plus large de certains marchés. Certains utilisateurs peuvent en effet être amenés à préférer aux composites des matériaux alternatifs plus facilement recyclables. Les préoccupations environnementales et la pression réglementaire ont poussé les industriels de la filière des matériaux composites à développer des solutions de recyclage et de valorisation, matière, thermique/énergétique ou chimique. Dans un contexte réglementaire, différentes initiatives professionnelles visent à mettre en place des filières de démantèlement/recyclage/valorisation de ces matériaux par secteur d'application ou de manière transversale.

**II.2 Définition**

Le recyclage est une des grandes problématiques actuelles de notre société. Dans tous les domaines le sujet du développement durable est récurrent. Le recyclage « parfait » serait à partir d'une matière première, réaliser un produit utile pour la société et re-transformable en fin de vie, en sa matière première d'origine, ou en un autre produit, sans déchets ni pollution quelconque (liée par exemple à l'utilisation de produits chimiques). Ce processus pouvant se répéter indéfiniment.

**II.3 Impératif du recyclage**

Les préoccupations environnementales, à la fois en termes de limitation de l'utilisation de ressources fossiles et de nécessité de gestion des déchets produits, ont conduit à accroître la pression pour recycler les matériaux. La hiérarchie des différentes solutions adoptables est bien établie, avec par ordre de préférence décroissant [12] :

- la réduction de la masse des déchets par prévention à la source lors de la production ;
- la réutilisation des produits ;
- Le recyclage des matériaux ;

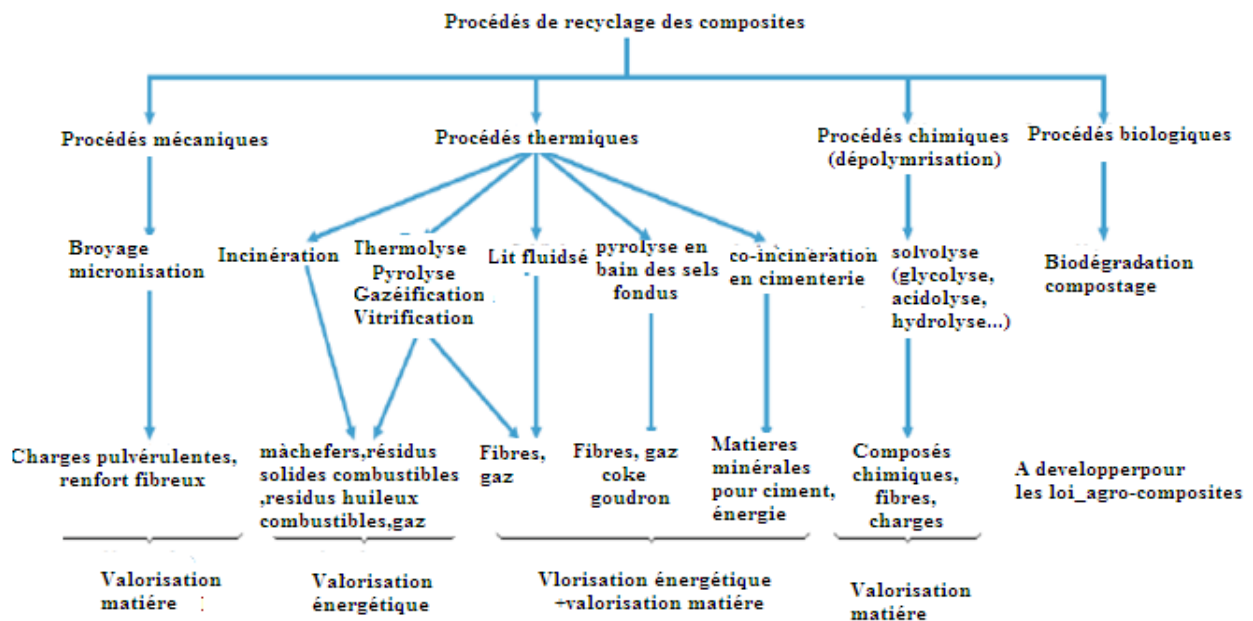
- Le recyclage d'une partie des constituants des matériaux ;
- L'incinération des déchets :
  - avec valorisation matière et énergétique ;
  - avec valorisation énergétique seulement ;
  - sans valorisation énergétique.
- La mise en décharge.

**II.4 Gisement de déchets composites à valoriser**

Le marché mondial en volume des composites pèse environ 7,6 millions de tonnes/an dont environ 65 à 70 % de thermodurcissables (chiffres 2005) [13].

Un grand défi auquel est confrontée l'industrie des composites est celui de l'environnement et de la valorisation des déchets. En effet, le potentiel de croissance de ce secteur risque d'être entravé par les évolutions réglementaires notamment au niveau de la mise en décharge contrôlée.

Différentes stratégies et technologies de recyclage et de valorisation des composites, thermodurcis en particulier, ont été proposées et développées sur la base de démonstrateurs industriels ou de laboratoires. D'une manière générale, on peut distinguer quatre grandes familles de procédés de traitement des déchets comportant une part organique (cas des plastiques et composites à matrice polymère) (figure II.1) :



**Figure II.1:** Procédés de recyclage et de valorisation des matériaux composites organiques.

### **II.4.1 Procédés mécaniques**

Lorsque la matière du déchet est réintégrée, sans destruction de sa structure chimique, dans la production d'un nouvel objet (valorisation matière). C'est le procédé utilisé par l'entreprise (ISELMAN).

#### **II.4.1.1 Broyage mécanique**

Le recyclage mécanique par broyage a été étudié pour les composites thermodurcis renforcés de fibres de verre ou de fibres de carbone. Les recherches les plus nombreuses et les plus approfondies ont néanmoins été menées dans le cas des fibres de verre [14].

La technique utilisée passe habituellement par une réduction initiale de la taille des déchets composites. Cette phase utilise un procédé de broyage sommaire mettant en œuvre une déchiqueteuse ou un broyeur à basse vitesse de manière à réduire la taille des déchets en morceaux de 50 à 100 mm. Cela facilite l'élimination des éventuels inserts métalliques, et dans le cas où cette étape est réalisée à la source de production ou de collecte du déchet. La phase principale de réduction de taille intervient ensuite dans un broyeur à marteaux à haute vitesse, dans lequel le matériau est débité en éléments plus fins allant typiquement de 10 mm à des particules micronisées de moins de 50 $\mu$ m. Une opération de tamisage finale permet enfin de fractionner le recyclât obtenu en lots de tailles différentes.

#### **II.4.1.2 Recyclage en boucles fermée ou ouverte**

L'utilisation des recyclés issus du broyage mécanique de déchets de composites a été considérée dans un vaste panel d'applications, soit en boucle fermée dans le secteur de la plasturgie et des composites, soit en boucle ouverte dans d'autres filières industrielles (par exemple dans le secteur du bâtiment et des travaux publics).

Ainsi, la première utilisation envisagée des recyclats issus de composites thermodurcis, notamment ceux se présentant sous forme des poudres fines, est la substitution du carbonate de calcium en tant que charge dans de nouvelles formulations de SMC/BMC (SMC : *Sheet Molding Compound*, matière à mouler polyester + verre + charges sous

forme de feuille ; BMC : *Bulk Molding Compound*, matière à mouler polyester + verre + charges en vrac) [15].

## **II.4.2 Procédés thermiques**

Lorsque la matière du déchet est transformée grâce à son potentiel calorifique en énergie thermique (valorisation énergétique), et dans certains cas en résidus pouvant être utilisés comme matériaux à des fins diverses (valorisations matière) hors carburants.

Traitement thermique des déchets sous conditions de température et pression contrôlées : dégradation de la résine et du sizing, récupération de la fibre.

### **II.4.2.1 Incinération**

#### **II.4.2.1.1 Incinération en unité d'incinération des ordures ménagères (UIOM)**

Les déchets composites pourraient être valorisés en mélange avec les ordures ménagères (OM). Leur pouvoir calorifique moyen, de l'ordre de 8000-15 000 kJ/kg, dépend de la présence ou non de verre et du pourcentage de matrice organique (polymère). Des essais ont démontré la faisabilité du concept pour des mélanges à hauteur de 10 % de déchets de composites avec les ordures ménagères. Il est envisageable de traiter de 2 à 6 t/h par four.

La technologie la plus utilisée est celle du four à grille. Les déchets sont brûlés pendant deux à trois heures environ à une température maximale de 400 ° C pour les solides et de 1000°C pour les gaz. La grille permet le passage de l'air à travers la couche en ignition [16].

#### **II.4.2.1.2 Incinération industrielle des déchets industriels banals (DIB)**

Il existe aussi des centres d'incinération réservés uniquement au traitement des DIB. Ces derniers sont toutefois encore peu nombreux (comparativement aux UIOM). Deux types de résidus sont récupérés après incinération :

- les mâchefers d'incinération de déchets industriels (MIDI) qui représentent 30 % des déchets entrants ;

- les cendres volantes.

Les mâchefers sont actuellement mis en centre d'enfouissement technique (CET); cependant, l'influence de l'apport de matières minérales par les composites sur leur qualité est un élément intéressant à valider. Une valorisation en remblais de travaux publics est une piste à explorer [17].

### II.4.2.1.3 Co-incinération en cimenterie

Outre les procédés conventionnels d'incinération, les déchets composites thermodurcis en particulier, peuvent être utilisés comme combustible de substitution en cimenterie. En effet, la composition des composites, riches en matières minérales pouvant être incorporées au ciment (apport de  $\text{CaCO}_3$ , d'alumine et de silice, constituant de base des fibres de verre), rend ces déchets intéressants [12]. Le traitement en cimenterie permet de réaliser à la fois un recyclage matière des charges minérales ( $\approx 40$  à  $70$  %) et une valorisation énergétique de la partie organique. Il n'y a donc pas de résidu secondaire dans ce cas. Le principe du procédé est présenté sur la figure II.2 [17].

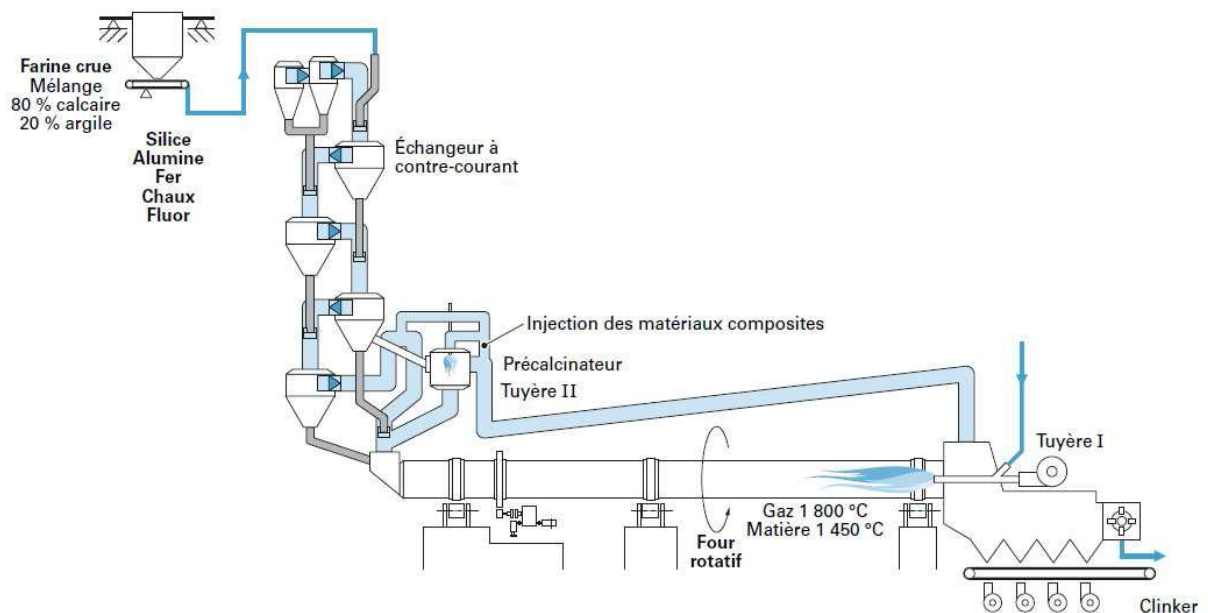


Figure II.2 : Principe du procédé de co-incinération de composites en cimenterie.

**II.4.2.2 Thermolyse / Pyrolyse****II.4.2.2.1 Thermolyse**

La thermolyse est un procédé thermique de traitement des déchets organiques à température moyennement élevée et en l'absence d'oxygène. Les déchets sont introduits dans un four hermétique chauffé entre 450 et 750 °C. En l'absence d'air et sous l'effet de la chaleur les déchets se décomposent en deux phases :

- 1- Un résidu solide qui peut contenir selon les déchets traités des cendres, des matières minérales, ainsi que du chlore. Ce dernier élément est séparé par simple lavage du solide charbonneux. Après séparation physique des métaux et autres composés inertes, on obtient un composant solide valorisable comme combustible (charbon) ou matière première pour l'industrie ;
- 2- Un gaz constitué d'une fraction condensable (résidu huileux hydrocarboné) et d'une fraction non condensable à température ambiante utilisée comme combustible après dépoussiérage.

D'une manière générale, il faut donc retenir que la thermolyse constitue un traitement partiel des déchets qui débouche sur un combustible solide (charbon) ou une fraction minérale à valoriser. Le volume des fumées produites est deux fois moins important qu'avec l'incinération. Ces fumées ne contiennent ni dioxines, ni métaux lourds volatilisés et nécessitent des installations de traitement nettement moins importantes. Cette technique offre une grande souplesse de fonctionnement au niveau des matériaux et permet de traiter des déchets variés (pneus, plastiques, ordures ménagères, peintures, boues d'épuration, composites...) [13].

**II.4.2.2.2 Pyrolyse à haute température (Pyrolyse Gazéification Inertage)**

La pyrolyse haute température (PGI Pyrolyse Gazéification Inertage) est un procédé conçu pour le traitement des bois imprégnés de substances fongicides minérales ou organiques, qui pourrait aussi être utilisé pour recycler des matériaux composites. Les déchets sont traités dans un four à très haute température (1 200 à 1 500 °C) contenant un magma vitreux qui minéralise les matériaux introduits. L'ajout de SiO<sub>2</sub>, CaO, et FeO peut s'avérer nécessaire, si ces éléments ne sont pas contenus dans les déchets, pour

entretenir le magma vitreux. Les fibres de verre contenues dans certains composites permettraient ici de diminuer cet apport minéral. En sortie de four, sont récupérés des granulés de verre valorisables en tant qu'abrasifs ou éventuellement en granulats et des poussières métalliques pouvant être recyclées. Le procédé ne conduit pas à la formation de substances organiques indésirables et produit un gaz synthétique propre, qui peut être utilisé comme source d'énergie [17].

#### **II.4.2.2.3 Traitement thermique en four à lit fluidisé**

La fibre de renforcement constitue le composant du matériau composite présentant potentiellement, en terme de valorisation, la plus forte valeur ajoutée. Un procédé de traitement thermique en four à lit fluidisé, a de ce fait été développé de manière à récupérer des fibres de carbone et verre hautes performances à partir de déchets de composites renforcés de verre ou carbone selon le cas. Les déchets de composites sont d'abord déchiquetés (morceaux de 25 mm environ) puis viennent alimenter le lit fluidisé. Ce dernier est constitué de sable de silice (particules de 0,85 mm). Le sable est fluidisé sous un flux d'air chaud (températures de 450 à 550 °C, vitesses de 0,4 à 1 m/s). Dans ce lit, la matrice organique se volatilise et libère ainsi les fibres et les charges. Ces particules sont entraînées hors du lit en suspension dans le flux gazeux. Après récupération des fibres, le gaz passe alors dans une chambre de combustion secondaire où le polymère est totalement oxydé. Une valorisation énergétique est alors possible [12].

Les fibres ainsi récupérées présentent des surfaces relativement propres, sans contamination superficielle significative, et sont constituées de filaments de longueur moyenne (en poids) variant de 6 à 10 mm. Les résines polyester insaturées peuvent être traitées à 450 °C, tandis que la volatilisation rapide des résines époxydes requiert des températures supérieures, jusqu'à 550 °C.

Les fibres de verre recyclées de la sorte voient malheureusement leur résistance en traction chuter de 50 % environ, tout en conservant la même rigidité que la fibre vierge, dans le cas d'un traitement à 450 °C. À des températures plus élevées, la perte de résistance mécanique s'accroît pour atteindre 90 % à 650 °C.

**II.4.3 Procédés chimiques (solvolyse, glycolyse, acidolyse ...)**

Le recyclage chimique repose sur le principe de la dépolymérisation par solvolyse. Cette technique consiste à traiter un polymère ou un composite à matrice polymère par un solvant réactif capable de dépolymériser la résine en coupant les liaisons présentes dans le réseau macromoléculaire, conduisant à un mélange liquide de produits de dépolymérisation [11]. On parle suivant les cas de glycolyse, d'acidolyse, d'hydrolyse ou d'alcoololyse lorsque le traitement chimique fait appel respectivement à un glycol, un acide, de l'eau ou un alcool.

La technique est industriellement développée principalement pour des polymères thermoplastiques, notamment le PET ou le PVC pour lequel il existe des procédés industriels bien maîtrisés.

La structure chimique très stable, réticulée, des résines thermodurcissables rend leur dépolymérisation plus délicate, mais toutefois envisageable, notamment dans le cas, le plus étudié, des polyesters insaturés.

Appliqué au recyclage des composites, un procédé performant de solvolyse permet, de par la perte de propriétés mécaniques de la matrice, de « désassembler » le matériau. Il devient alors possible de récupérer par filtration :

- Les fractions inorganiques (fibres de verre, charges minérales) dépourvues de résidus de matière organique, réutilisables en tant que charges ou renforts ;
- La fraction liquide, constituée par les produits de dépolymérisation en solution dans le solvant réactif, potentiellement exploitable dans l'industrie chimique en tant que matière première pour le développement de nouveaux composés.

Une solvolyse performante permet donc un recyclage intégral du composite, associant une valorisation de tous les composants.

**II.5 Conclusion**

Des quantités non négligeables de déchets composites (déchets de production ou pièces en fin de vie) sont encore mises en décharge ou simplement incinérées, et leur volume est susceptible de croître dans les années à venir. Les composites verre/résine (principalement polyester insaturé) sont très majoritairement concernés. Le cas des

matrices polymères thermodurcissables (65 % des composites en volume) reste le plus critique.

Différentes solutions de recyclage conduisant à une valorisation matière ou mixte matière et énergétique ont été développées au cours des deux dernières décennies, selon les cas à l'échelle laboratoire, démonstrateur pré-industriel, ou pilote industriel. Les voies de traitement mécanique, thermique et chimique ont été explorées en parallèle. Ces solutions présentent encore toutes des potentiels d'amélioration et d'optimisation, et de nombreuses recherches sont en cours à l'échelle nationale, européenne et mondiale. Rares demeurent celles qui sont actuellement industriellement opérationnelles.

L'utilisation des matériaux composites à matrice polymère est en forte croissance dans de nombreuses applications industrielles. Durant leur vie en service, ces matériaux hydrophiles sont souvent exposés, pour de longues périodes, à des environnements humides, en présence d'un chargement mécanique. Or, l'humidité génère des champs de contraintes internes hétérogènes dans ce type de matériau. Ainsi, il est important de prévoir l'absorption d'eau dans la structure composite afin d'estimer la durabilité de celle-ci, c'est l'objet du chapitre III.

**III. 1 Introduction**

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 de la géométrie du matériau lui-même.

**III. 2 Généralités sur le vieillissement****III.2. 1 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 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 [18].

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 [19].

**III.2.2 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 [20].

**III.3. Comportement des structures composites exposées à un fluide**

Les polymères et les composites à base de résine polymérique ont des propriétés physico-chimiques 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 [21].

### **III.3.1 Introduction aux modèles de diffusion**

L'eau peut pénétrer suivant différents mécanismes :

- capillarité à l'interface fibre/résine ;
- diffusion dans la résine par interaction eau-polyester ;
- adsorption dans les défauts présents dans la résine ou à l'interface (fissures, porosités, défaut d'ensimage de la fibre).

#### **❖ Diffusion Fickienne**

Les cinétiques d'absorption d'eau dans les matériaux sont généralement décrites par les lois de Fick. Fick a utilisé l'analogie entre transfert de chaleur et transfert de masse pour établir les équations théoriques de la diffusion; l'hypothèse de base de ces lois repose sur le fait que le mouvement des molécules est aléatoire et que le gradient de concentration est le moteur de la diffusion. La première loi de Fick traduit cette hypothèse:

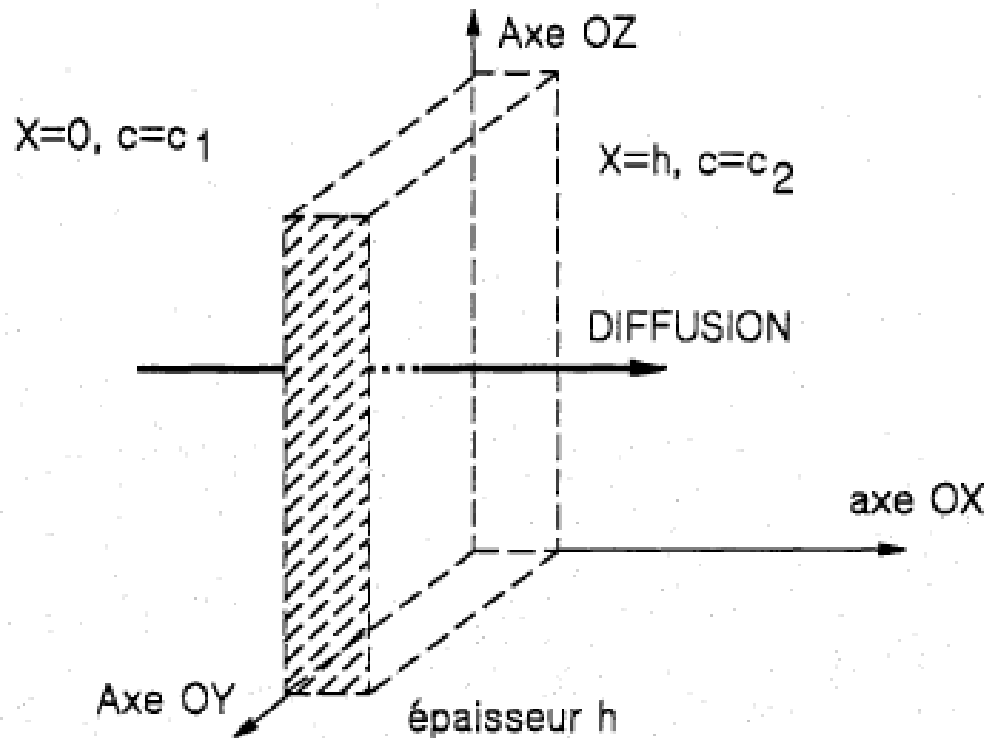
$$J = -D \overrightarrow{\text{grad}} C \quad (\text{III.1})$$

Où J représente la quantité de matière ayant diffusée à travers une aire unité, D est le coefficient de diffusion, et C la concentration d'eau.

La seconde loi de Fick, fait intervenir le temps :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-D \overrightarrow{\text{grad}} C) \quad (\text{III.2})$$

Cette loi est donnée dans le cas d'une diffusion uniaxiale selon un axe Ox perpendiculaire à une plaque à deux dimensions infinies et d'épaisseur finie  $h$ . Le coefficient de diffusion  $D$  est supposé indépendant de la concentration d'eau et reste constant pour une température donnée (figure III.1) [22].

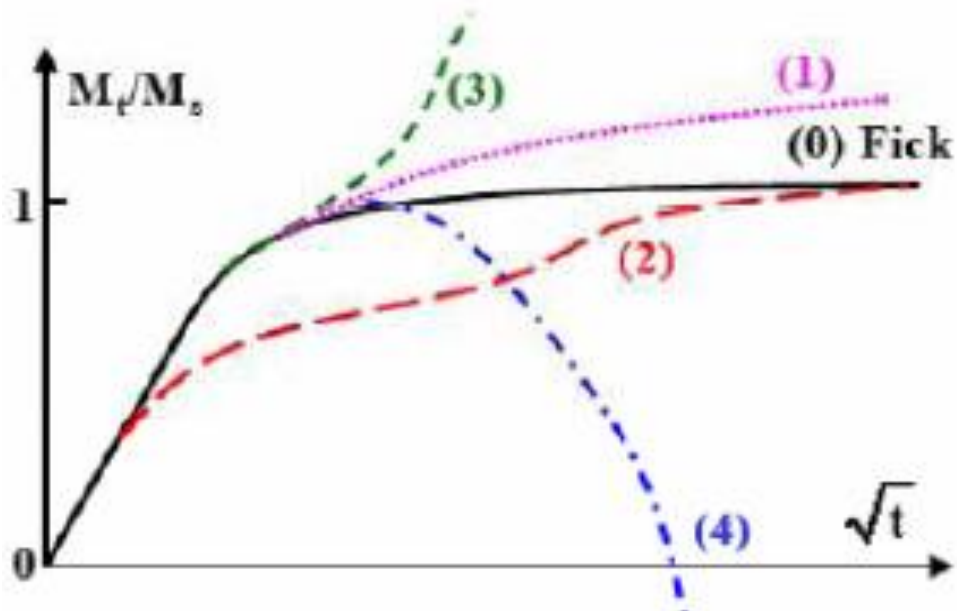


**Figure III.1** : Plaque de dimensions infinies soumise à une diffusion uniaxiale.

### ❖ Diffusion non Fickienne

L'évolution des cinétiques de sorption d'eau des polymères ou composites à matrice polymère présente dans de nombreuses circonstances des écarts par rapport au comportement Fickien [23], (figure III.2). Dans certains cas, ces écarts prennent l'allure d'une déviation négative de la courbe de sorption (courbe 4, figure III.2). Ce phénomène résulte de l'élimination de matière due à l'hydrolyse de la résine, les microcavités formées sont aussitôt occupées par l'eau (pression osmotique) de plus faible densité que la résine. Des déviations positives (courbes 1, 2 et 3 de la figure III.2) peuvent également apparaître à partir de l'instauration d'un pseudo-palier de saturation (résines polyester), elles sont dues en particulier au fait que lors de l'hydrolyse, d'une résine polyester par exemple, chaque coupure se traduit par l'incorporation d'une

molécule d'eau dans le réseau et par la formation de fonctions hydrophiles (alcool et acide) qui vont augmenter la quantité d'eau que va pouvoir absorber le réseau ( $\text{RCOOR}' + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{RCOOH} + \text{R}'\text{OH}$ ) [24].



**Figure III.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), 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 et 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 ou à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymères et évacués dans le solvant, ce qui explique la perte de matière et la baisse de la masse globale, malgré l'absorption d'eau.

En raison de la grande variété de structures moléculaires des polymères, et de la diversité des structures en composites à 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 et parfois sous des contraintes externes élevées. Ils sont plus fréquents pour les composites que pour les résines pures [23].

### **III.3.2 Influence du taux d'humidité relative**

En milieu atmosphérique, c'est l'humidité relative qui constitue le solvant cité dans le paragraphe précédent. De nombreux travaux ont montré que la prise en masse à saturation  $M_s$ , est une fonction croissante de l'humidité relative (HR%). La prise en masse à saturation  $M_s$  est donnée par la relation (III.3).

$$M_s = a \cdot (HR\%)^b \quad (\text{III.3})$$

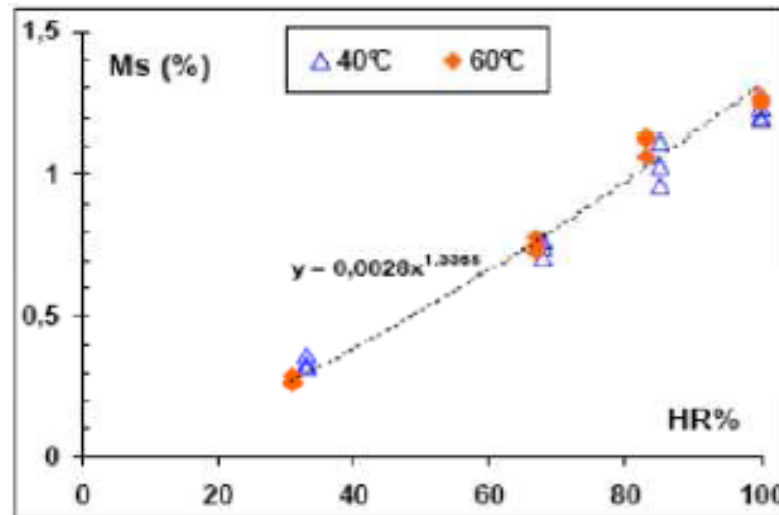
Avec :

$a$  : constante dépendant de la nature du polymère.

$b$  : un exposant généralement voisin de l'unité.

Pour les matériaux composites à matrice époxydiques renforcés par des fibres de carbone,  $b$  est proche de 1, et pour les résines époxydes il est compris entre 1,3 et 1,8 [25].

La figure III.3 montre la prise de masse à saturation  $M_s$  en fonction du taux d'humidité relative pour une résine époxydique.



**Figure III.3** : Prise de masse à saturation  $M_s$  en fonction du taux d'humidité relative pour une résine époxydique.

De même que pour les matériaux immergés dans des solvants, le coefficient de diffusion  $D$  pour les matériaux en milieu atmosphérique reste constant pour une température donnée et est indépendant du taux d'humidité relative. Autrement dit, le taux d'humidité n'a aucun effet sur la cinétique de diffusion [21].

### III.3.3 Influence de la température

Tous les auteurs, dont Loos [25] et Weitsman [26], ont confirmé l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption. Ces auteurs ont rapporté que la pente initiale des courbes d'absorption augmente avec la température et que le coefficient de diffusion d'eau  $D$  est extrêmement sensible à la température. Ainsi, l'absorption est thermiquement activée et la relation d'Arrhenius permettant de décrire la relation entre  $D$  et  $T$  est traduite par l'équation III.5 :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{E_a}{R.T}\right) \quad (\text{III.4})$$

Où :

$E_a$  : énergie d'activation de la diffusion.

$D_0$  : constante (indice de perméabilité).

$T$  : température d'essai.

$R$  : constante des gaz ( $R = 8,314 \text{ J/mol.K}$ ).

**III.4 Dégradation des propriétés physico-chimiques**

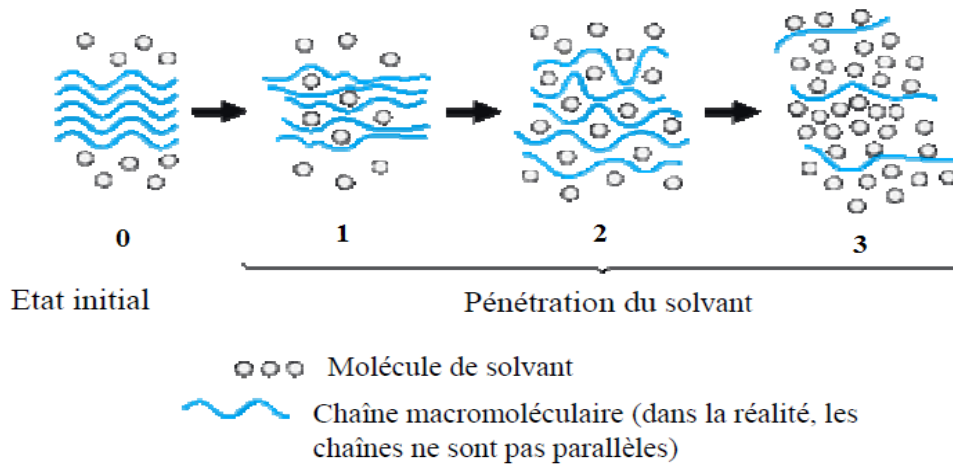
La diffusion de l'eau est une étape nécessaire pour la dégradation des propriétés physicochimiques des divers constituants des matériaux composites. Dans ce paragraphe, les dégradations physiques et chimiques du renfort de verre et de la résine sont examinées ainsi que l'effet de l'absorption différentielle aux interfaces [20].

**III.4.1 Vieillissement physique**

Il est reconnu qu'en dessous de sa température de transition vitreuse  $T_g$ , un polymère n'est généralement pas dans un état d'équilibre thermodynamique. En effet, au cours d'un refroidissement, le matériau se fige avec un excès de volume libre et d'enthalpie au passage de la zone de transition vitreuse. Le vieillissement physique, qui est un phénomène réversible, résulte alors d'une restructuration progressive des molécules dans le polymère vers une configuration plus stable et se traduit par un gain de ductilité ou un gonflement du matériau.

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 physicochimiques du polymère. Les propriétés mécaniques (généralement les modules d'Young et de cisaillement), ainsi que l'évolution de la température de transition vitreuse  $T_g$  sont les plus étudiées. Dans la plupart des cas, on constate une diminution du module d'Young et du module de cisaillement ainsi qu'une baisse de  $T_g$ . Le phénomène est réversible [23].

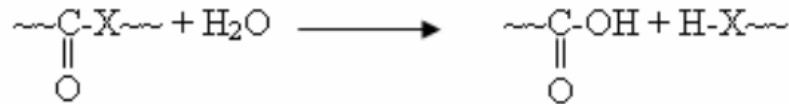
La plastification s'accompagne aussi de gonflements, qui dans le cas des composites, conduit à l'apparition de contraintes inter faciales qui peuvent produire des déchaussements de fibres et des délaminages. Ce phénomène est d'autant plus important que la résistance de l'interface est faible [24]. La figure III.4 schématise la pénétration d'un solvant dans un polymère.



**Figure III.4** : Pénétration d'un solvant dans un polymère

### III.4.2 Vieillessement chimique

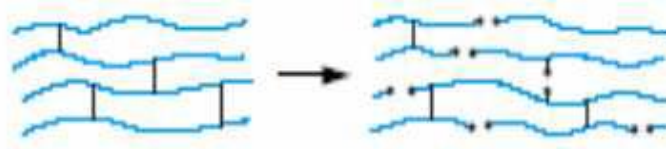
Certaines études ont montré que la masse d'un échantillon peut augmenter continuellement lorsque celui-ci est placé dans un environnement très humide. La modification de certaines bandes d'absorption en infrarouge du polymère a amené certains auteurs à supposer un mécanisme de dégradation du polymère : l'hydrolyse (figure III.5). Au cours de l'absorption, les molécules d'eau peuvent remplacer les liaisons hydrogène déjà existantes par des liaisons hydrogène entre l'eau et le polymère. Le résultat de ces interactions chimiques à long terme est la dégradation de la résine et de l'interface par hydrolyse. L'hydrolyse est activée thermiquement et est susceptible d'être catalysée par divers agents chimiques : ions  $\text{OH}^-$ ,  $\text{H}^+$ , 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 supérieure à la masse initiale de l'échantillon même après séchage.



**Figure III.5** : Réaction d'hydrolyse.

Où :  $\sim\text{X}-\text{O}$ - (polyesters, époxy durcis par anhydrides);  $-\text{NH}-$  (polyamides, polyuréthanes) etc.

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 III.6) [23]. 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).



**Figure III.6** : Processus de coupure statistique des squelettes macromoléculaires.

Le phénomène d'osmose qui a préoccupé la construction navale de plaisance dans les années 1980 est une illustration du phénomène d'hydrolyse. Vis à vis de l'extérieur, le gel coat forme une membrane semi-perméable qui va permettre le passage de l'eau au niveau de la matrice. Les produits d'hydrolyse formés s'accumulent dans les défauts de structure et entre les nœuds de réticulation de la matrice. Au niveau de ces sites privilégiés, les molécules solubles emprisonnées se retrouvent alors sous pression osmotique ce qui conduit au final à la formation de cloques [23]. Le processus d'osmose peut être illustré par le modèle schématique (figure III.7).

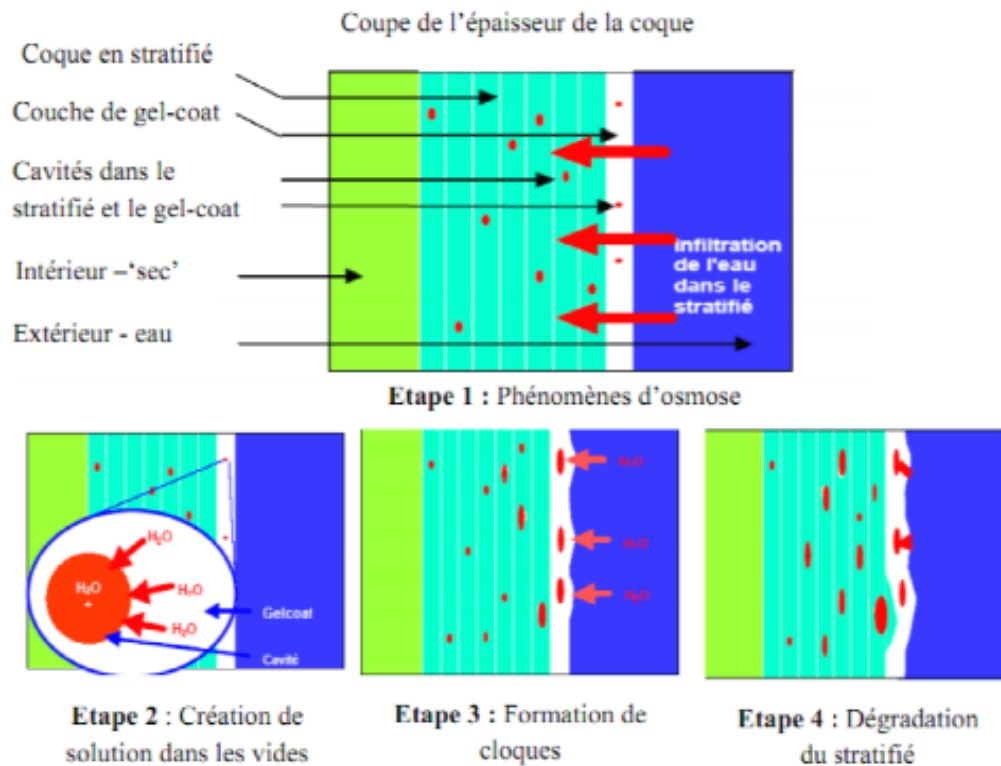


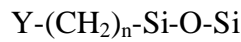
Figure III.7 : Modèle schématique du processus d'osmose

### III.4.3 Dégradation de l'interface fibre-matrice

Au cours du vieillissement accéléré, l'absorption d'eau et la température conduisent à un gonflement et une dilatation différentiels de la matrice organique par rapport au renfort, ou du gel-coat par rapport au stratifié.

Les sollicitations d'interface sont donc importantes puisque des contraintes de cisaillement et de traction après absorption d'eau peuvent créer des amorces de rupture, soit au niveau des liaisons covalentes gel-coat-résine de structure, soit au niveau de l'ensimage (liaisons résine -agent de couplage-fibres de verre).

A l'interface verre/résine, l'agent de couplage du type organosilane permet de créer des liaisons chimiques entre la matrice organique et la fibre minérale: le couplage est réalisé par des liaisons siloxanes sur les groupements silanols de la fibre de verre, et par l'établissement de liaisons carbone-carbone au cours de la polymérisation entre le styrène ou les groupements fumarique et l'organosilane ;



où Y représente un groupement organique réagissant avec la résine, et Si-O-Si le verre. Peu de données sont disponibles sur l'attaque par l'eau de l'agent de couplage; néanmoins il semble que la rupture s'amorce au niveau des liaisons siloxanes Si-O-Si au niveau de la fibre [27].

#### **III.4.4 Dégradation des fibres**

Le mode de dégradation du verre, en milieu humide, dépend de sa composition chimique. Dans le cas des verres alcalins, on observe le phénomène de lixiviation du verre. Il s'agit de l'extraction des ions alcalins superficiels (Na, Al, B, Ca, etc.) et leur remplacement par des protons. La consommation des protons entraîne l'augmentation progressive du caractère basique du milieu. La lixiviation des ions peut, pour les fibres de verre, conduire à la formation de microfissures, ce qui diminue la résistance mécanique de la fibre. Pour des verres très alcalins, l'altération du verre est généralisée et rapide. Dans le cas inverse, la dégradation est plus lente et localisée aux endroits où les ions ont été lixiviés [23].

#### **III.5 Evolution 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 [28] 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 III.8), il a constaté que l'essentiel de la chute de la contrainte de rupture se produit durant les deux premiers mois de vieillissement.

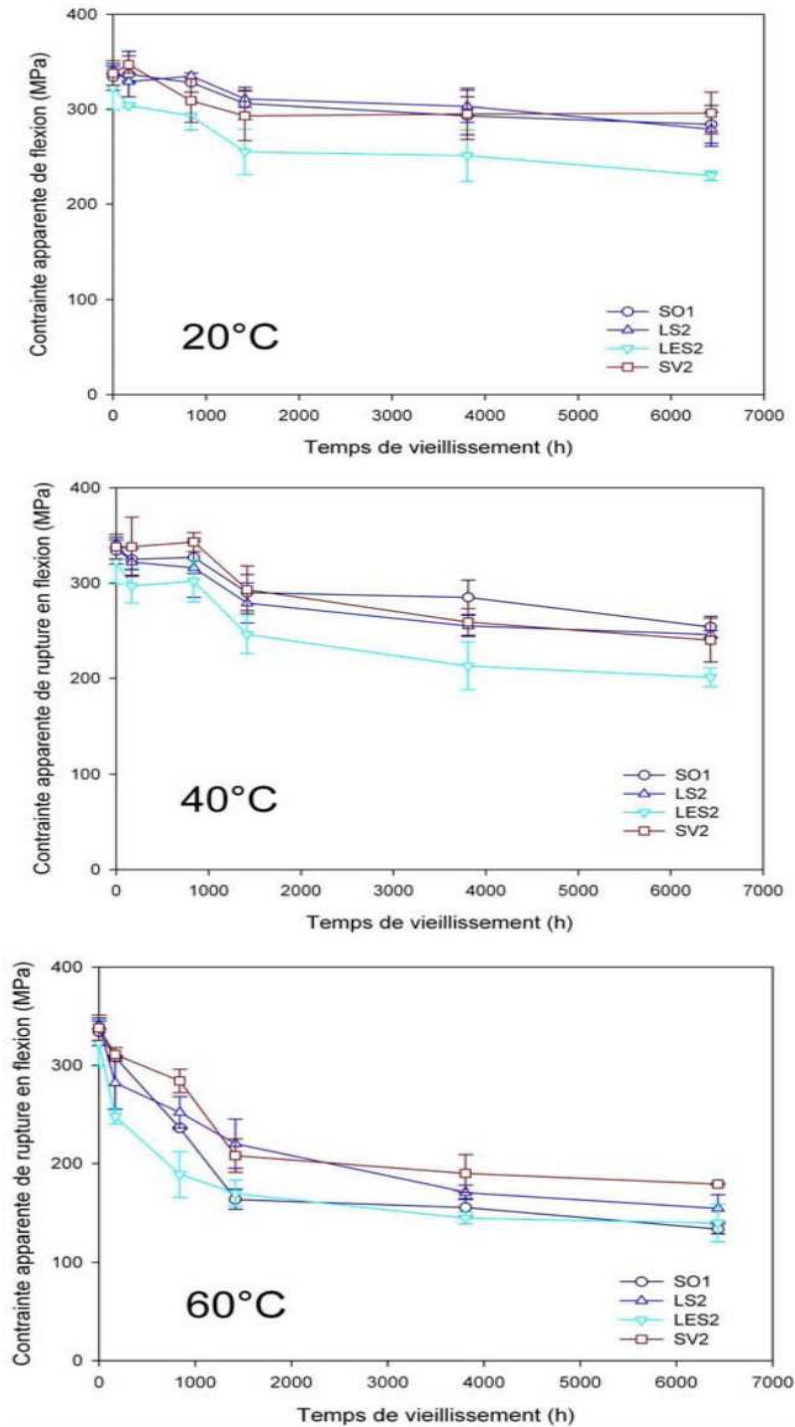
Avec :

SO1 : Polyester orthophtalique standard.

LS2 : Polyester orthophtalique.

LES2 : Polyester isophtalique.

SV2 : Vinylester standard.

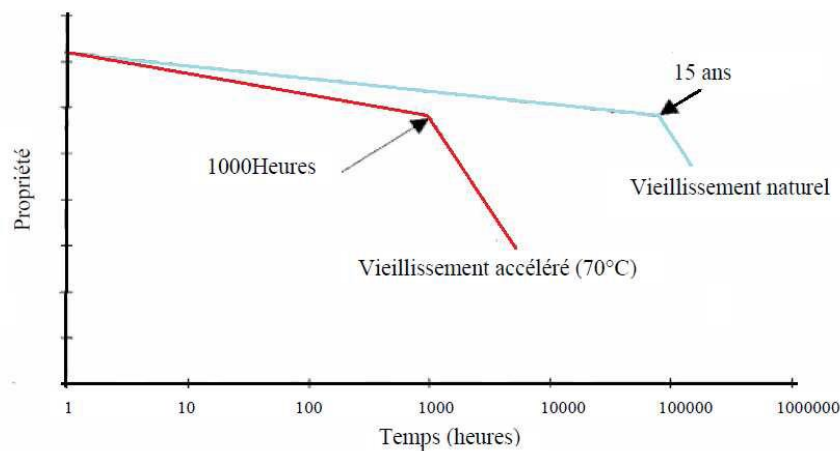


**Figure III.8 :** Evolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en fonction de la température d'immersion.

### III.6 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 [29] 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 III.9) [21].



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

De même, ils ont noté que, quelque soit le type de vieillissement, on obtient toujours le même type de courbes. Même si les facteurs de corrélation entre vieillissement naturel et accéléré ne sont pas toujours connus puisqu'ils diffèrent suivant la nature des matériaux, les essais de vieillissement accéléré permettent de sélectionner ou valider plus rapidement un matériau.

### III.7. Conclusion

L'étude des matériaux composites à matrice polymère en vieillissement hygrothermique dans différents milieux, nous donne des informations sur les mécanismes de dégradations des propriétés physico-chimique de ces derniers. Pour connaître d'avantage de ces matériaux, il est souhaitable d'étudier leur comportement mécanique et leur endommagement, ce qui est le but du chapitre qui suit.

### **IV.1 Introduction**

La connaissance des caractéristiques mécaniques d'un matériau composite et sa structure permettent de comprendre, voir de prédire son comportement en service. Afin de caractériser son comportement 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 (limite d'élasticité, charge de rupture, limite d'endurance en fatigue, etc.). Parmi les moyens utilisés pour avoir accès à ces données, la caractérisation passe donc par des essais sur chaque type de composite utilisé.

### **IV.2 Essais mécaniques**

#### **IV.2.1 Essais statiques**

Les essais statiques sont des essais effectués sur des éprouvettes normalisées de matière. Il s'agit d'appliquer une contrainte constante jusqu'à ce qu'il y ait rupture de l'éprouvette. Ils permettent de mesurer la résistance mécanique d'un matériau, d'étudier son comportement à l'aide de différents indicateurs comme l'allongement, le module de Young, etc...[30].

##### **IV.2.1.1 Essai de traction**

Essais de base comme pour les plastiques homogènes, ils permettent de déterminer la loi de comportement contrainte-déformation dans une direction donnée. Les caractéristiques habituelles que l'on en déduit sont le module d'Young, le coefficient de Poisson, ainsi que la contrainte et l'allongement relatifs aux points singuliers de la loi de comportement (limite de linéarité, coude, charge maximale, rupture, etc.).

##### **a. Traction longitudinale**

Dans le cas d'une traction longitudinale (figure IV.1), la charge  $F_1$  est exercée suivant la direction des fibres (composite unidirectionnel) ou suivant la direction de chaîne (composite tissu) sur la section droite du matériau [2].

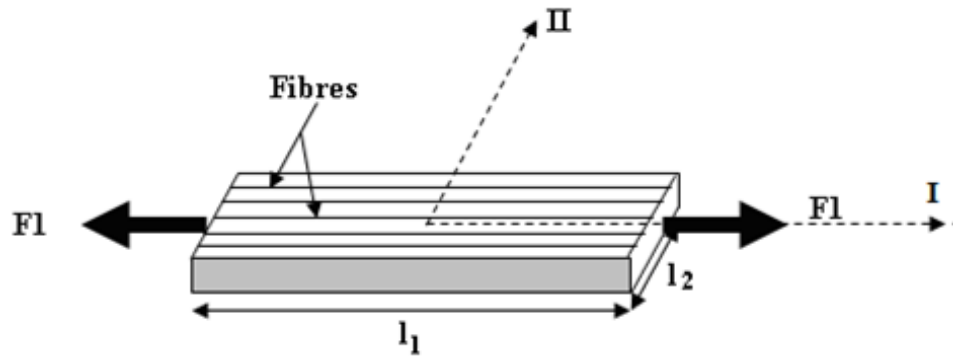


Figure IV.1 : Essai de traction longitudinale.

Et dans cet essai on a :

- La contrainte normale :

$$\sigma_{11} = \frac{F_1}{S_1} \quad (\text{IV.1})$$

- Les déformations longitudinales :

$$\varepsilon_{11} = \frac{\Delta L_1}{L_1} \quad (\text{IV.2})$$

- Les déformations transversales :

$$\varepsilon_{22} = \frac{\Delta L_2}{L_2} \quad (\text{IV.3})$$

- Le module longitudinal :

$$E_L = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}} \quad (\text{IV.4})$$

- Le coefficient de poisson :

$$\nu_{LT} = \frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} \quad (\text{IV.5})$$

### b. Traction transversale

Les essais de traction transversale (figure IV.2) permettent de mesurer le module d'Young dans le sens perpendiculaire aux fibres ou module transverse  $E_2$  ainsi que la contrainte et la déformation à rupture.

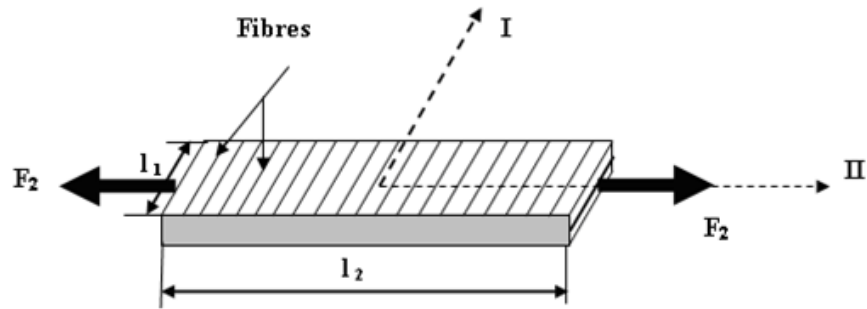


Figure IV.2 : Essai de traction transversale.

Dans cet essai on a :

- La contrainte normale :

$$\sigma_{22} = \frac{F_2}{S_2} \quad (\text{IV.6})$$

- Le module de Young transversal :

$$E_T = \frac{\sigma_{22}}{\varepsilon_{22}} \quad (\text{IV.7})$$

- le coefficient de poisson :

$$\nu_{TL} = \frac{\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{22}} \quad (\text{IV.8})$$

### c. Traction hors axes

L'essai usuellement utilisé pour mesurer le module de cisaillement longitudinal  $G_{LT}$ , est un essai de traction effectué à  $45^\circ$  de la direction des fibres. La charge  $F$  est exercée suivant la direction  $X$  sur la section  $S$  (figure IV.3) [31].

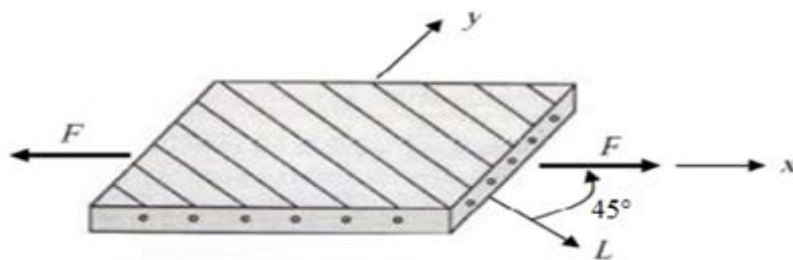


Figure IV.3 : Traction hors axes.

Et dans cet essai on a :

- La contrainte normale :

## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

$$\sigma_{xx} = \frac{F}{S} \quad (\text{IV.9})$$

- Contrainte Longitudinale (sur les fibres) :

$$\sigma_L = \sigma_{xx} * \cos^2(45) \quad (\text{IV.10})$$

- Contrainte transversale (sur la matrice) :

$$\sigma_T = \sigma_{xx} * \sin^2(45) \quad (\text{IV.11})$$

- Cisaillement :

$$\tau = \frac{F * \sin(45) * \cos(45)}{S} \quad (\text{IV.12})$$

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

$$E_{45} = E_x = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}} \quad (\text{IV.13})$$

- Ce module s'exprime par :

$$\frac{1}{E_{45}} = \frac{1}{E_x} = \frac{1}{4} \left( \frac{1}{E_L} + \frac{1}{E_T} + \frac{1}{G_{LT}} - 2 \frac{\nu_{LT}}{E_L} \right) \quad (\text{IV.14})$$

- Le module de cisaillement longitudinal  $G_{LT}$  est donné par :

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_L} - \frac{1}{E_T} + 2 \frac{\nu_{LT}}{E_L} \quad (\text{IV.15})$$

### IV.2.1.2 Essai de compression

Un matériau composite est soumis à un régime de compression (Figure IV.4) simple si on applique à ses extrémités deux forces directement opposées qui tendent à la raccourcir avec une vitesse constante.



Figure IV.4 : Essai de compression.

Dans cet essai on a :

$$\sigma_r = \frac{F_r}{l h} \quad (\text{IV.16})$$

Avec :

- $F_r$  : charge à la rupture
- $l$  : Longueur de l'éprouvette
- $h$  : épaisseur de l'éprouvette

### IV.2.1.3 Essai de flexion

L'essai de flexion est un test mécanique statique, qui fait partie de la famille des essais indépendants du temps (comme le choc, la dureté...),. Il est facile à mettre en œuvre (absence de système de fixation d'éprouvette, géométrie simple de l'échantillon), et il reproduit assez bien les sollicitations courantes auxquelles sont soumises les pièces industrielles.

Cet essai est très souvent pratiqué pour mesurer des caractéristiques telles que le module d'Young et la résistance en flexion, la flèche maximale... Il nécessite des charges plus faibles que la traction et les mesures de flèches posent moins de problèmes que les mesures d'allongement. Deux configurations peuvent être retenues pour les essais : la flexion trois points et la flexion quatre points, ce dernier cas permettant de bénéficier d'une zone centrale dans laquelle le «moment de flexion» est uniforme [32].

#### a. Flexion trois points (direction longitudinale et transversale)

Le principe de cet essai consiste à déformer une éprouvette parallélépipédique reposant sur deux appuis, par l'intermédiaire d'un poinçon (ou panne) située à égale distance des appuis et se déplaçant à vitesse constante. (Figure IV. 5)

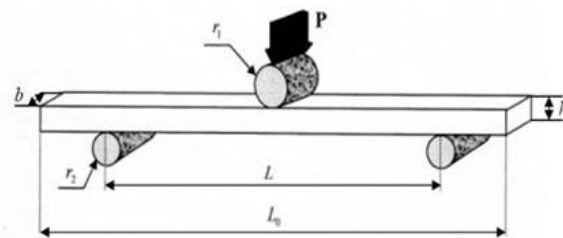


Figure IV.5 : Dispositif d'essai et dimensions de flexion trois points.

Avec :

- $P$  : charge appliquée ;

## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

- $r_1$ : rayon de cylindre de la panne (5mm) ;
- $r_2$ : rayon des cylindres d'appuis (2.5mm) ;
- $L$  : longueur entre appuis ;
- $L_0$ : longueur totale de l'éprouvette ;
- $h$  : hauteur de la poutre ;
- $b$  : largeur de la poutre.

Dans cet essai on a :

- Le module de flexion :

$$E_{app} = \frac{L^3 \Delta F}{4bh^3 \Delta f} \quad (IV.17)$$

- La contrainte de rupture :

$$\sigma_r = \frac{3F_{max} L}{2bh^2} \quad (IV.18)$$

- La déformation à la rupture en flexion :

$$\varepsilon_r = \frac{6hf}{l^2} \quad (IV.19)$$

- La contrainte de cisaillement :

$$\tau = \frac{3 F}{4 bh} \quad (IV.20)$$

### b. Flexion quatre points

L'essai de flexion quatre points consiste à exercer entre les appuis deux points d'applications de la charge, distante de  $L$ , (figure IV.6) où l'effort tranchant est nul dans la zone des contraintes maximales.

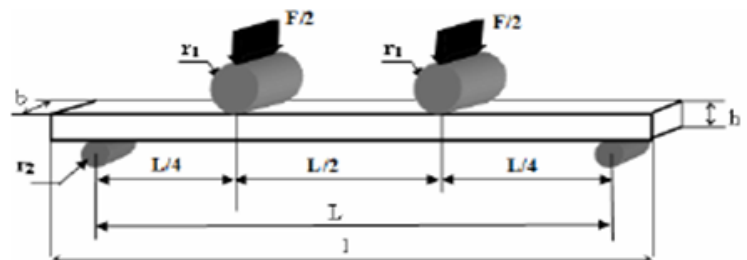


Figure IV.6 : Essai de flexion quatre points.

Dans cet essai on a :

- Le module de flexion :

$$E_{app} = \frac{L^3}{4bh^3} \frac{\Delta F}{\Delta f} \quad (IV.21)$$

- La contrainte de rupture :

$$\sigma_r = \frac{3F_{max} L}{2bh^2} \quad (IV.22)$$

- La déformation à la rupture en flexion :

$$\varepsilon_r = \frac{6hf}{l^2} \quad (IV.23)$$

- La contrainte de cisaillement :

$$\tau = \frac{3}{4} \frac{F}{bh} \quad (IV.24)$$

### c. Essai de flexion par flambement

L'essai est réalisé sur des éprouvettes non encastrées, dont les extrémités sont libres en rotation (Figure IV.7). Il consiste à solliciter en flexion ondulée ( $R > 0$ ) sans appui central à amplitude de déplacement imposé, une éprouvette parallélépipédique bi-articulée à fort élancement. Un effort de compression est exercé sur l'éprouvette de façon à atteindre un point d'instabilité élastique, bien avant l'apparition d'une quelconque dégradation sous l'effet des contraintes de compression. Cette instabilité se traduit par un fléchissement de grande amplitude qui place alors l'éprouvette dans un état de flexion pur. Cette technique d'essai est particulièrement adaptée à la caractérisation en fatigue des matériaux à matrice ductile sensibles aux effets de poinçonnement des essais en flexion trois et quatre pannes et des matériaux présentant une forte propension au fluage.

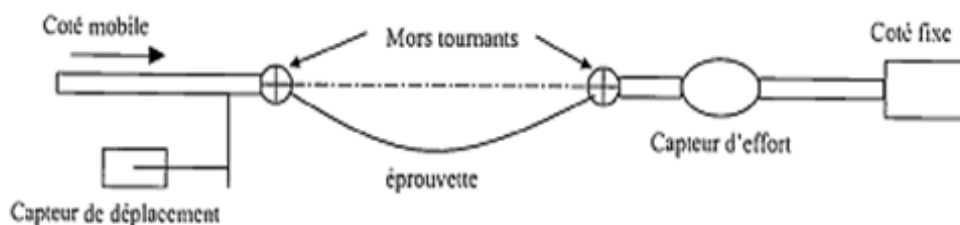


Figure IV.7: Schéma de principe de l'essai de flambement

## **Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites**

---

Le seuil est caractérisé par la charge critique d'Euler :

$$F_{cr} = \frac{F^2 EL}{L^2} \quad (\text{IV.25})$$

La contrainte et la déformation sont données par :

$$\sigma = \frac{6F}{bh^2} f \quad (\text{IV.26})$$

$$\varepsilon = \frac{h}{2} \left( \frac{\pi}{l} \right)^2 pf \quad (\text{IV.27})$$

Avec :

$$p = F/F_{cr} \quad (\text{IV.28})$$

### **IV.2.1.4 Essai de cisaillement**

Les essais de cisaillement utilisent pour l'étude des matériaux composites permettent de connaître le comportement au cisaillement (contrainte et module de cisaillement) soit selon une sollicitation dans le plan des couches (cisaillement inter laminaire), soit selon une sollicitation perpendiculaire aux couches [33].

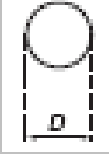




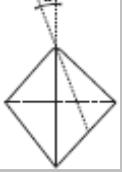
### **IV.2.1.5 Essais de dureté**

La dureté peut être définie comme une mesure de la résistance à la déformation plastique localisée. Les méthodes de mesure de la dureté (essais Brinell, Vickers et Rockwell ... etc.) sont basés sur la pénétration d'un indenter à la surface du matériau.

Une valeur de dureté est déterminée par la mesure de dimension de l'empreinte fait par l'indenter soumis à des charges et des vitesses d'application contrôlées [21].

Les différentes méthodes de mesure de la dureté sont représentées dans le tableau IV.1.

## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

Pénétrateur	Brinell	Rockwell		Vickers	Knoop	Berkovich
Nature	Acier trempé ou Carbure de tungstène	Diamant	Acier trempé	Diamant	Diamant	Diamant ou carbure
Forme	Sphère	Sphère	Pyramide à base carrée	Pyramide à base carrée	Pyramide à base losange	Pyramide à base triangulaire
Dimensions	 D = 10 mm ; 5 mm ; 2,5 mm ; 1 mm	 $\theta = 120^\circ$	 D = 1/16'' (1,587mm) D = 1/8'' (3,175mm)	 $\theta = 136^\circ$	 $\alpha = 130^\circ$ $\theta = 172^\circ 30'$	 Berkovich $\alpha = 65^\circ$ Berkovichmodifié $\alpha = 65,27^\circ$

**Tableau IV.1** : différentes méthodes de mesure de la dureté

### a. L'essai de dureté Brinell (HB)

L'essai consiste à imprimer dans la pièce à essayer une bille en acier trempé de diamètre (D) sous une charge F et à mesurer le diamètre (d) de l'empreinte laissée sur la surface après suppression de la charge (figure IV.8).

Le rapport entre la charge appliquée et la surface de l'empreinte détermine la valeur de la dureté Brinell.

$$HB = \frac{F}{S} \quad (IV.29)$$

Avec :

$$S = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (IV.30)$$

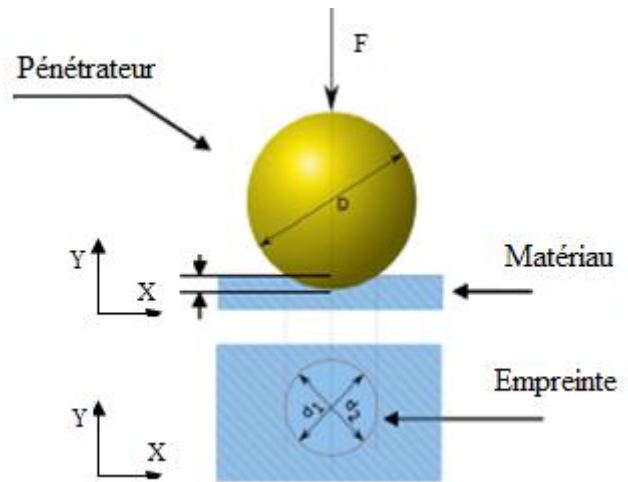


Figure. IV.8 : Principe de dureté brinell.

### b. L'essai de dureté Vickers (HV)

Elle est obtenue par calcul ; le principe est identique au précédent mais avec une pyramide droite en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de  $136^\circ$ . Utilisation: tous métaux.

Variante : essai Knoop (microdureté, empreinte en forme de losange, matériaux durs pour petites pièces et fines sections) [21].

### c. L'essai de dureté Rockwell (HR)

C'est l'essai de dureté le plus connu mondialement. Dans ce cas, la dureté, contrairement à Brinell et Vickers, est obtenue par lecture directe d'une longueur d'enfoncement d'un pénétrateur, bille acier ou cône diamant.

Une précharge ( $F_0$ ) permet de faire une empreinte initiale et, par-là, d'éliminer les incertitudes propres aux défauts de la surface [21].

## IV.2.2 Essais dynamiques

### IV.2.2.1 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 encastree) [34].

## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

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 (Figure IV.9).

L'énergie absorbée par l'éprouvette ( $W$ ) est égale à la différence des énergies potentielles du pendule entre:

- Le début :

$$W_0 = Ph_0 \quad (\text{IV.31})$$

- Et l'arrivée :

$$W_1 = Ph_1 \quad (\text{IV.32})$$

- L'énergie absorbée par l'éprouvette est donnée par :

$$W = Ph_0 - Ph_1 = P(h_0 - h_1) \quad (\text{IV.33})$$

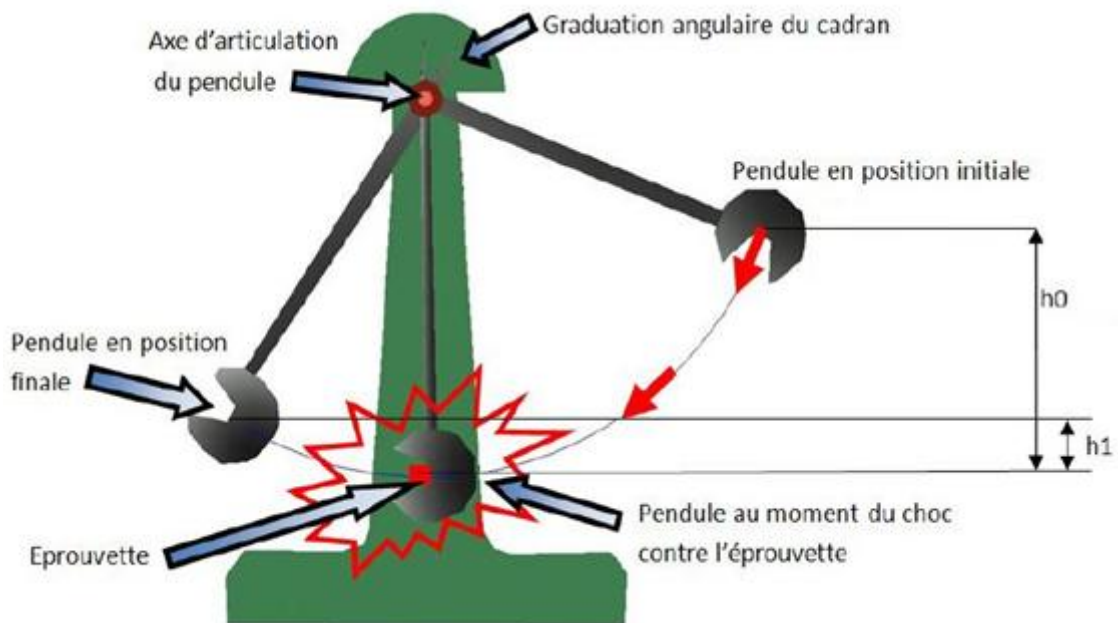


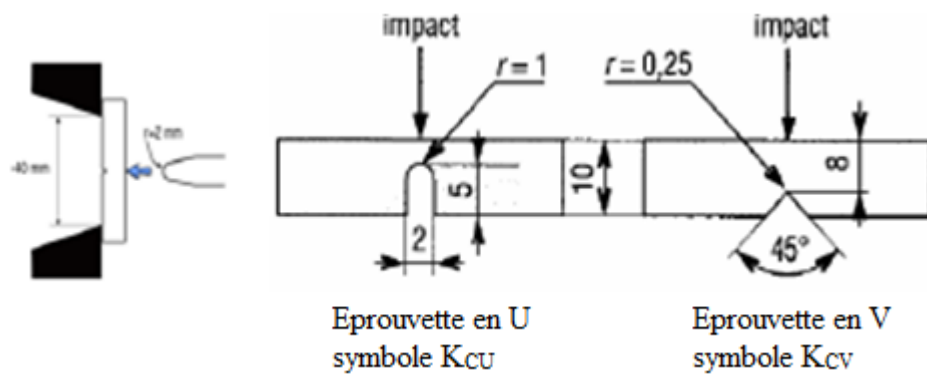
Figure IV.9 : Essai de résilience.

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

Deux cas :

$$K_{cu} \text{ ou } K_{cv} = \frac{W}{S_0} \quad (\text{IV.34})$$

La figure IV.10 ci-dessous représente les formes de l'éprouvette utilisée.



**Figure IV.10:** Forme des éprouvettes en U et en V.

### IV.2.2.2 Essai de fatigue

On entend par fatigue ou endommagement par fatigue, la modification des propriétés des matériaux dû à l'application de cycle d'effort dont la répétition peut conduire à la rupture [35].

L'étude de 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 matériaux cette contrainte peut même être inférieure à leur limite élastique.

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

Dans cet essai on a :

- L'amplitude maximale de la contrainte :

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \quad (IV.35)$$

- La valeur moyenne de la contrainte :

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \quad (IV.36)$$

- Le rapport des contraintes maximale et minimale (R) :

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (IV.37)$$

### **IV.2.3 Vieillissement**

Les matrices des matériaux composites sont très sensibles au vieillissement atmosphérique et surtout à l'humidité.

Des essais de vieillissement naturel exposent directement les éprouvettes ou la structure aux agents atmosphériques (intempéries) pendant une durée et sous un climat donnés.

Des tests accélérés pourront également être réalisés, mais les corrélations entre le vieillissement naturel et artificiel sont difficiles à établir.

L'effet de vieillissement est apprécié visuellement ou par variation d'une caractéristique (généralement mécanique) mesurée avant et après essai.

On pourra envisager aussi un test d'exposition au brouillard salin, ou des expositions qui combinent les facteurs d'environnement :

- Chaleur et froid pour simuler les chocs thermiques ;
- Chaleur, humidité ;
- Lumière artificielle, chaleur et humidité ;
- Chaleur, humidité et charges ;
- Brouillard, ultra-violets.

La chaleur accélère en particulier la diffusion de l'humidité dans la matrice et accentue ainsi le vieillissement.

A ces tests, il est possible de joindre des contraintes particulières tel que jets de sable pour mettre en relief le caractère d'érosion et d'abrasion dû au vent, vapeurs, fumées, ou à l'eau et qui sont négligés dans tous les essais.

Des tests anti-corrosion peuvent également être combinés avec les cycles précédents pour mettre en évidence la résistance du matériau vis-à-vis de milieux chimiques. On choisit par exemple un milieu acide oxydant ou une exposition au SO<sub>2</sub>, ou CO<sub>2</sub> représentatif de l'ambiance agressive réelle d'un milieu industriel.

## **Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites**

---

Tous ces phénomènes combinés et alternés conduisent pour des stratifiés polyester verre par exemple, à un vieillissement qui se traduit par plusieurs changements d'aspect classés par ordre chronologique d'apparition [36] :

- Révélation des fibres de verre ou phénomène d'apparition des fibres blanches ;
- Jaunissement ;
- Microcraquelures, microfissures et fendillements visible surtout au microscope ;
- Perte de brillant en surface ;
- Turbidité de la résine durcie ;
- Délaminage et défibrage allant à la limite jusqu'à un aspect 'pelucheux'.

### **IV.3 Mécanismes d'endommagement des composites**

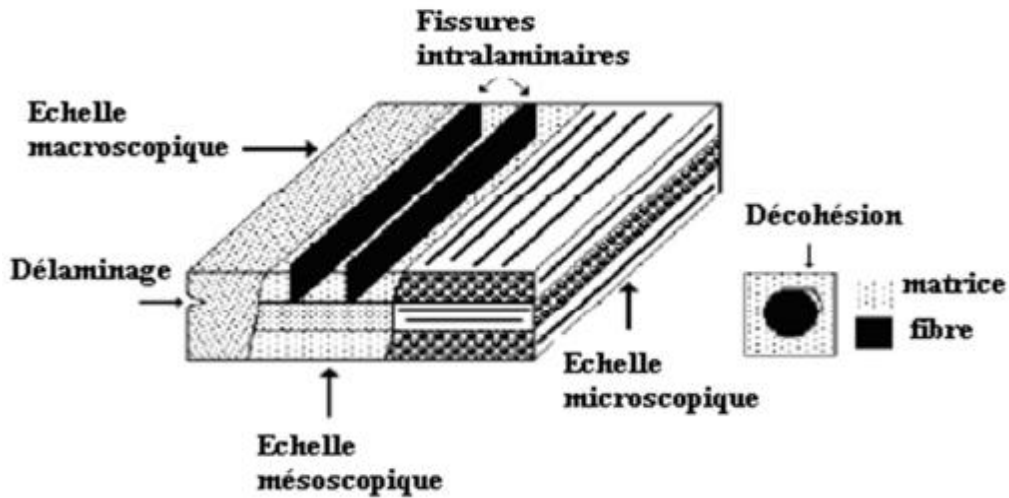
#### **IV.3.1 Les différentes échelles d'observation de l'endommagement**

Plusieurs types d'endommagement au sein d'une structure stratifiée, unidirectionnelle ou tissés qui se révèlent à différentes échelles d'observation (figure IV.11). Les plus significatifs sont les suivants [37] :

- à l'échelle microscopique apparaissent les ruptures d'interfaces : c'est le phénomène de décohésion fibre-matrice et d'autre part, la rupture de fibre et de la matrice;

- à l'échelle macroscopique on observe le phénomène de décollement inter pli : c'est le délaminage ;

- à l'échelle mésoscopique on observe l'apparition de nombreuses fissures intralaminaires mais également la rupture de fibres qui intervient au stade ultime de la ruine du matériau, qui sont parallèles à la direction des fibres.



**Figure IV.11:** Les différentes échelles d'observation de l'endommagement: illustration sur un matériau stratifié.

### IV.3.2 Mécanisme de rupture dans un composite

La rupture finale d'un composite est le résultat de l'accumulation de divers mécanismes élémentaires. Ils dépendent notamment de la sollicitation, de l'architecture des constituants et de l'orientation des plis [38]. Notamment les composites à matrice polymère soumis à une sollicitation mécanique, peuvent se regrouper en trois principaux modes différents :

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

#### IV.3.2.1 Rupture de fibre

La rupture de fibre intervient lorsque la contrainte de traction  $\sigma_f$  dans une fibre atteint la contrainte à la rupture  $\sigma_{fr}$ . Elle se produit souvent dans les plis les moins désorientés par rapport à la direction de sollicitation. L'excès d'effort provoquera la rupture des constituants voisins (figure IV.12) [39].

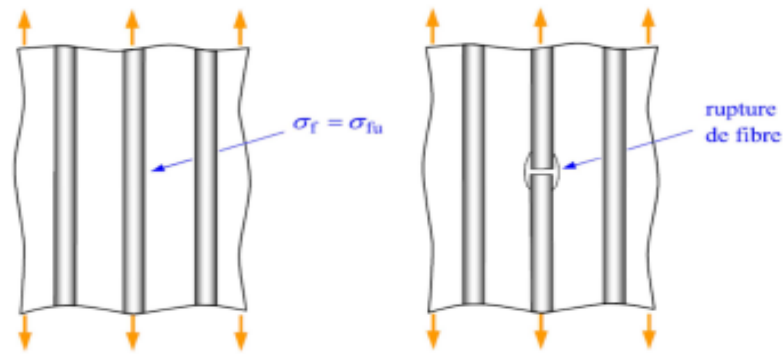


Figure IV.12 : rupture de fibre.

### IV.3.2.2 Fissuration matricielle

Les matrices organiques étant des matériaux ductiles. La rupture finale intervient, après une initiation de la fissure et sa progression, dès que la contrainte à la rupture  $\sigma_m^R$  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 matrice atteint la contrainte à la rupture en traction ; soit longitudinale dans le cas où la contrainte à la rupture en cisaillement est atteinte (figure IV.13). 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 [40].

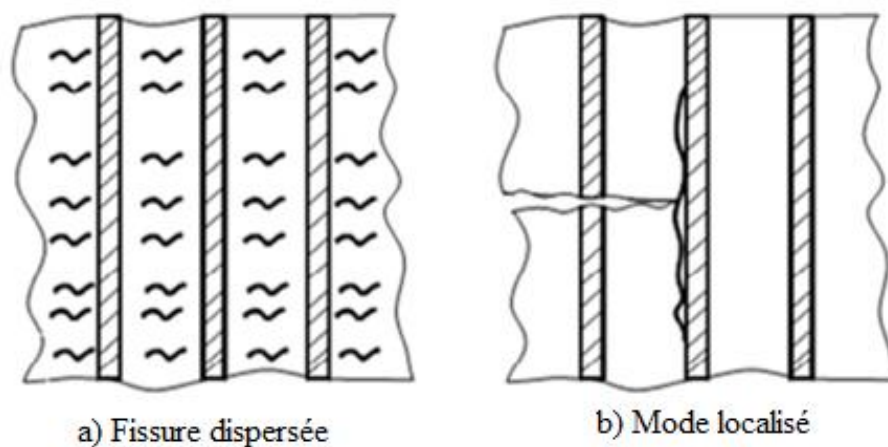


Figure IV.13: Rupture de la matrice.

## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

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.14). 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.

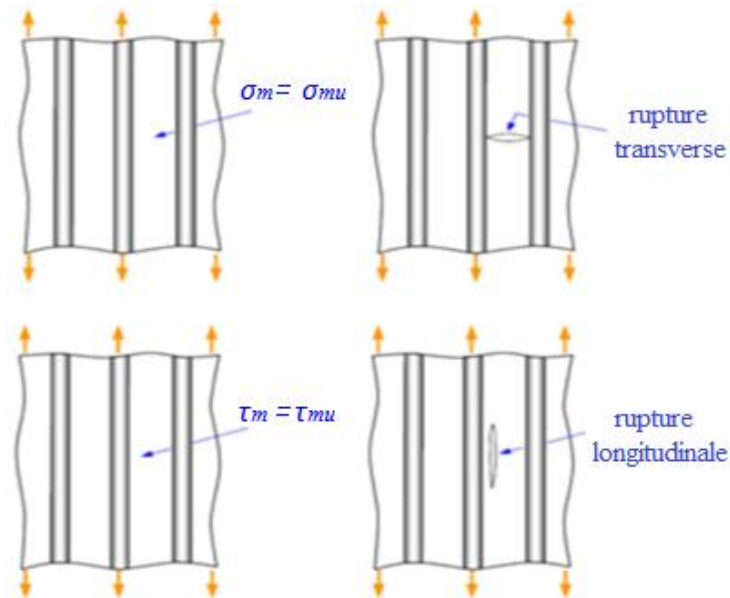


Figure IV.14 : Modes de fissuration de la matrice.

### IV.3.2.3 Décohésion fibre-matrice

Dans un polymère renforcé par les fibres unidirectionnelles, la décohésion de l'interface intervient lorsque la contrainte de cisaillement  $\tau$  dans la matrice atteint la contrainte de décohésion  $\tau_d$  et cela arrive quand cette dernière est inférieure à la contrainte en cisaillement à la rupture de la matrice  $\tau_m$  (figure IV.15) [40].

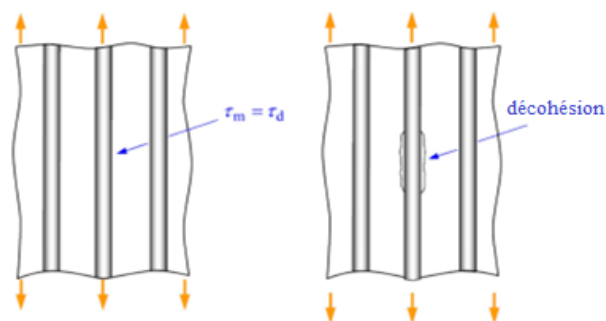


Figure IV.15 : Décohésion fibre-matrice.

### IV.3.3 Endommagements des composites stratifiés

#### IV.3.3.1 Modes de rupture

Ils constituent les trois modes élémentaires de sollicitation d'un matériau quel que soit l'état de contraintes d'une pièce soumise à une sollicitation complexe résumera d'une combinaison de trois modes simples Mode I, Mode II et Mode III présenté par la figure IV.16 :

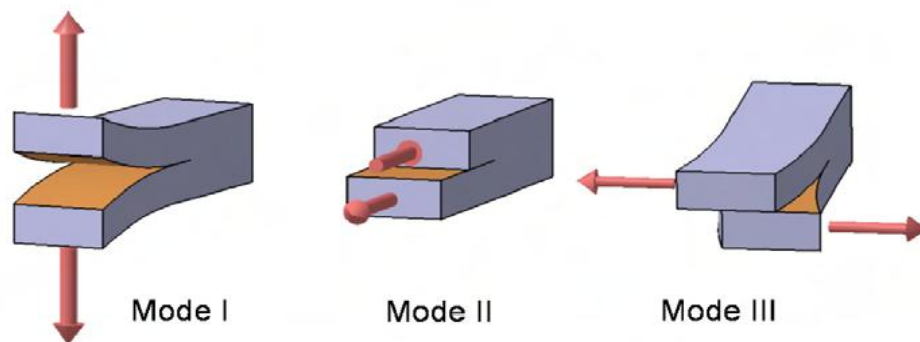


Figure IV.16 : Modes de sollicitation en mécanique de la rupture.

❖ **Mode I** ou mode d'ouverture :

Les surfaces de la fissure se déplacent dans des directions opposées et perpendiculairement au plan de fissure.

❖ **Mode II** ou mode de glissement droit :

Les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction perpendiculaire au front de fissure.

❖ **Mode III** ou mode de glissement vis :

Les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une direction parallèle au front de la fissure.

#### IV.3.3.2 Les fissurations

Les matériaux composites stratifiés constitués des couches superposées renforcées de fibres unidirectionnels, de tissus ou de mats peuvent présenter différents types de fissuration (interlaminaire, intralaminaire, ou translaminaire) [40]. Ces termes

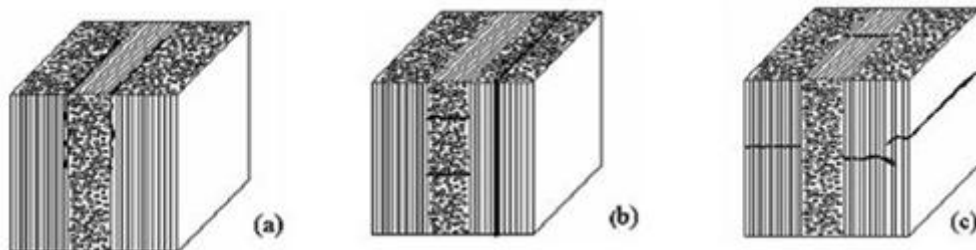
## Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites

définissent les plans dans lesquels peuvent se développer les fissures dans les matériaux composites.

➤ **Fissures interlaminaire** : la fissure se développe suivant un plan parallèle aux couches de renfort, entre deux couche (figure IV.17.a). Ce type d'endommagement se rencontre lors d'essai en mode I ou II, lors d'essai de flexion entre appuis rapprochés ;

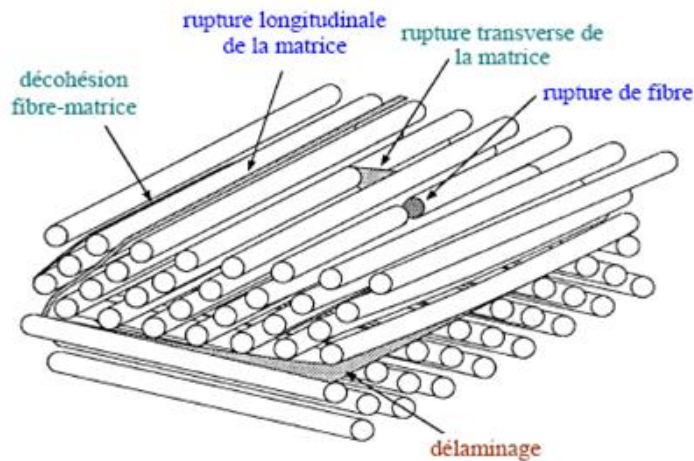
➤ **Fissures Intralaminaire** : le plan de la fissure est perpendiculaire ou parallèle aux couches de renfort à l'intérieur des couches (figure IV.17.b). Ce mode d'endommagement se rencontre lors d'essai de cisaillement ou de traction transverse sur matériau unidirectionnel par exemple ;

➤ **Fissures translaminaire** : le plan de la fissure est perpendiculaire aux couches et aux renforts (figure IV.17.c). Ce mode d'endommagement est par exemple observé lors d'essai de traction ou compression uniaxial dans le sens des fibres.



**Figure IV.17** : Différents types de fissuration au sein d'un composite stratifié.

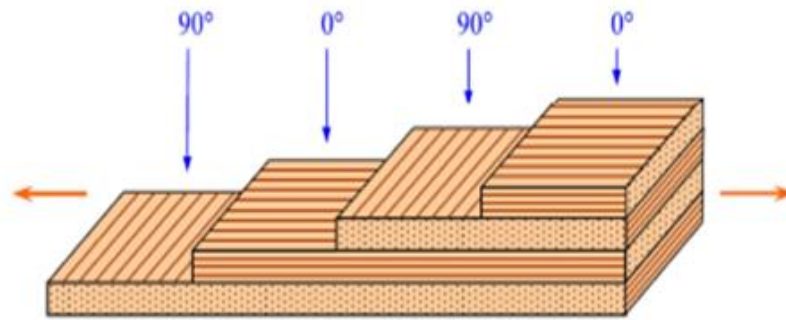
Dans le cas des stratifiés, aux mécanismes élémentaires décrits précédemment (décohésion fibre matrice ; rupture longitudinale de la matrice ; rupture transverse de la matrice ; rupture des fibres) s'ajoute un mécanisme de rupture entre couches, il est dit rupture par délaminage (figure IV.18). Les mécanismes de rupture induits dépendent de la nature des constituants, de l'architecture des couches et du mode de sollicitation mécanique imposé.



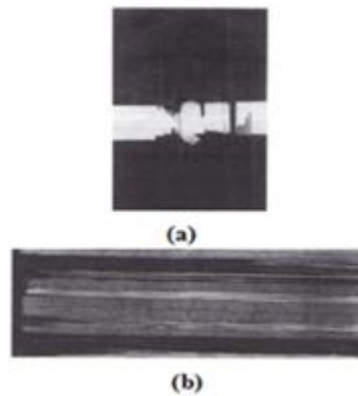
**Figure IV.18** : Mécanismes de rupture observés dans les stratifiés.

### IV.3.3.3 Cas d'un stratifié croisé soumis à une traction dans la direction $0^\circ$

Dans le cas d'un stratifié croisé soumis à une traction dans la direction  $0^\circ$  (figure IV.19), le premier phénomène de rupture observé est celui de la fissuration des couches orientées à  $90^\circ$ . La fissuration se produit par rupture longitudinale de la matrice ou/et par rupture de l'interface fibre-matrice dans les couches orientées à  $90^\circ$ . Cette fissuration conduit à la formation des fissures orientées transversalement (figure IV.20) à la direction du chargement mécanique. Ainsi, cette fissuration initiale des couches à  $90^\circ$  est appelée fissuration transverse du stratifié croisé. Lorsque le chargement mécanique est augmenté, le nombre de fissures croît jusqu'à atteindre un état de saturation de la fissuration. Les fissures transverses créent en points de fissures, entre les couches orientées à  $90^\circ$  et à  $0^\circ$  des concentrations de contraintes qui conduisent à l'initiation puis à la propagation du délaminage à l'interface entre les couches. Ce délaminage se développe ensuite jusqu'à la rupture finale du stratifié par rupture des fibres et de la matrice dans les couches à  $0^\circ$ . La figure IV.20 montre l'aspect final de la surface après rupture [2].

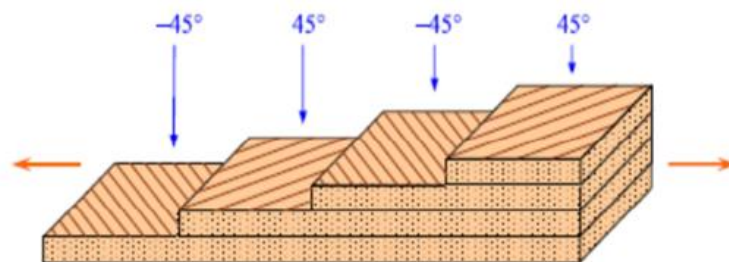


**Figure IV.19** : Stratifié croisé soumis à une traction dans la direction 0°.



**Figure IV.20** : Rupture en présence d'un trou d'un composite  $[0^\circ/90^\circ]_{2S}$  à fibres de carbone. (a) Rupture macroscopique au droit de trou. (b) Bord de l'éprouvette loin du trou : les couches à 90° sont micro-fissurées.

#### **IV.3.3.4 Cas d'un stratifié croisé $\pm 45^\circ$ , soumis à une traction longitudinale dans la direction 0° (figure IV.21)**



**Figure IV.21** : Stratifié croisé 45° soumis à une traction dans la direction 0°

## **Chapitre IV : Essais mécaniques et endommagement des composites**

---

Dans ce cas, on observe d'abord une rupture longitudinale dans les couches à  $\pm 45^\circ$ , suivi d'un délaminage entre les couches. La figure IV.22 donne un exemple de rupture observé dans ce cas.



**Figure IV.22** : Rupture d'un composite  $[\pm 45^\circ]_{2s}$  à fibres de carbone.

### **IV.5 Conclusion**

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

On réalisera des essais mécaniques destinés, non seulement à mesurer les propriétés mécaniques, mais aussi à déterminer les caractéristiques des matrices, des renforts et de l'interface, et ça est le but de chapitre V.

## V.1 Introduction

L'objectif envisagé dans cette partie est l'étude de comportement mécanique de différents matériaux composites aux sollicitations statiques par le biais des essais de flexion trois points et de microdureté, et l'influence de recyclage et de vieillissement dans l'eau de mer sur les caractéristiques mécaniques et les mécanismes de ruptures engendrés.

## V.2 Matériau de l'étude

Les matériaux composites utilisés dans cette étude proviennent de l'entreprise ISELMAN (Ets : AMOKRANE Abdellah). Ils sont principalement destinés à la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance (figure V.1).



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

### V. 2.1 Constituants des matériaux

- ❖ **Matrice** : nous avons utilisé une matrice synthétique en polyester thermodurcissable.
- ❖ **Renforts** : le type de renforts qui interviennent dans la fabrication des stratifiés utilisés sont des fibres de verre de type E. Ils sont sous forme de mats et de tissus (figure V.2).



Figure V.2 : Les différents renforts utilisés ; a) Mat 300g/m<sup>2</sup>; b) Mat 450g/m<sup>2</sup>; c) Taffetas 800g/m<sup>2</sup>

**❖ Recyclés**

Les différents types de matières broyées (recyclées) sont montrés dans la figure V.3. Ils présentent le résultat de broyage des deux types de déchets composites (avec et sans gel-coat).



**Figure V.3 :** Recyclé sans gel-coat (**RI**), Recyclé avec gel-coat (**RII**).

Une fois les déchets récupérés (découpés des bords des objets moulés), on les tris, ensuite on procède au broyage. La figure V.4 représente les différentes étapes de découpe, de tri et de broyage des déchets.



**Figure V.4 :** Opérations de : découpe, récupération, triage et broyage des déchets.

Afin d'évaluer les performances des matériaux, nous sommes conduits à l'élaboration des différents stratifiés qui sont montrés dans le tableau V.1 par la mise en évidence de la contribution des différents renforts.

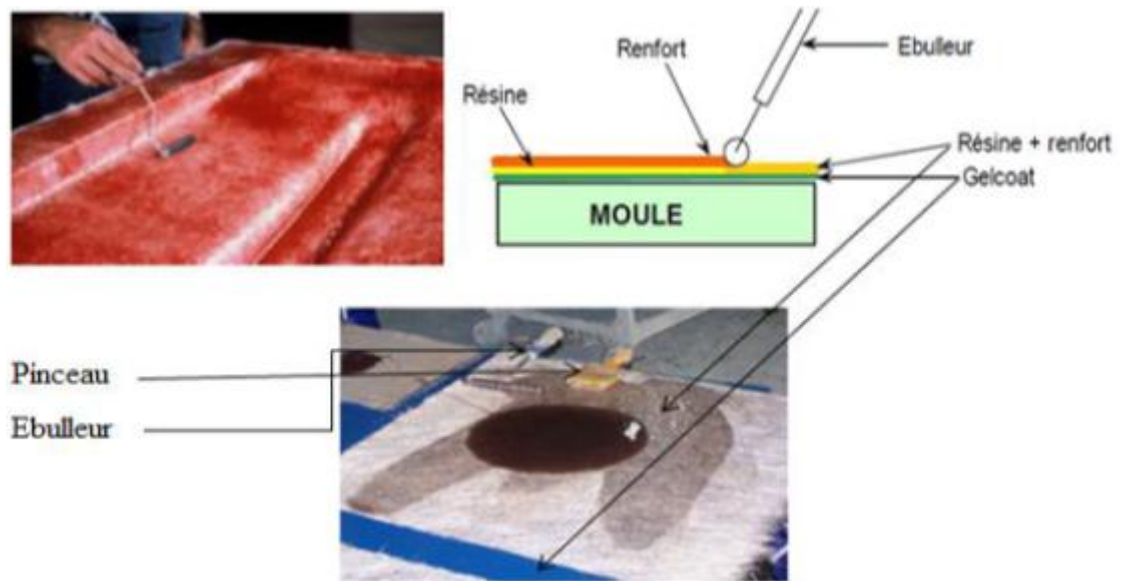
Lots	Ordre des plis
A	Gel coat +300+450+800+300
B	300+450+800+300
C	Gel coat +300+R <sub>I</sub> +800+300
D	Gel coat +300+R <sub>II</sub> +800+300

**Tableau V.1** : Différents lots d'éprouvettes d'essais.

### V.3 Procédé d'élaboration des éprouvettes

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.5). 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. Pour les matériaux contenant du recyclé, on verse une couche du recyclé imprégné dans la résine à l'état pâteux. L'ensemble est maintenu dans cet état et à température ambiante pendant la polymérisation jusqu'à la fin de la gélification qui dure à peu près une journée. A la fin de la polymérisation nous procédons au démoulage.

Il est commode de laisser environ une demi-heure la première couche de renfort au contact avec le gel-coat.



**Figure V.5** : Procédé d'élaboration des différents échantillons (Moulage au contact)

Les éprouvettes soumises aux essais sont découpées dans les plaques suivant deux directions définies relativement à l'axe des chaînes et des trames (figure V.6).



**Figure V.6** : Architecture du tissu taffetas 800g/m<sup>2</sup>.

### V.3.1 Géométrie des éprouvettes

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, ASTM D 790 [17], c'est-à-dire:

$$L = 18h + 20 (\pm 1) \text{ mm};$$

$$10 < b \leq 15 \text{ mm pour } h \leq 5 \text{ mm}$$

Avec :

L : longueur de l'éprouvette;

b : largeur et h : épaisseur.

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

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

$$h_m = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 h_i \quad (\text{V.2})$$

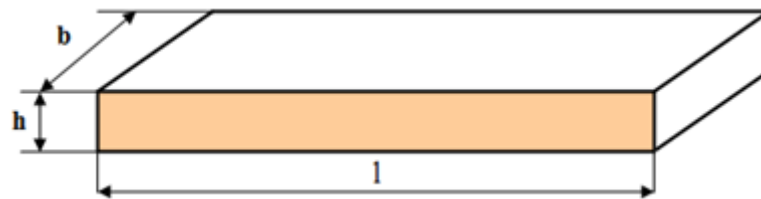


Figure V.7 : Géométrie des éprouvettes.

#### V.4 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.4.1 Principe de l'essai

Nous avons effectué des essais de perte au feu pour tous les lots. Les échantillons sont pesés à sec et placés dans des creusets préalablement pesés (figure V.8), 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 min), l'ensemble est alors mis dans le dessiccateur, nous le laissons refroidir pendant 30min. Les creusets et les fibres de verre sont pesés. Le taux massique des fibres et de la matrice est calculé par les lois V.3 et V.4 ci-dessous.

$$M_f(\%) = \left(1 - \frac{M_e - m_f}{M_e}\right) * 100 \quad (\text{V.3})$$

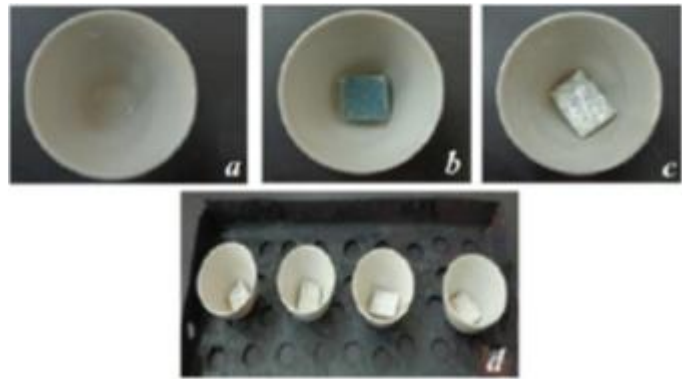
$$M_m(\%) = \left(\frac{M_e - m_f}{M_e}\right) * 100 \quad (\text{V.4})$$

$M_f$  (%) : Fractions massique des fibres ;

$M_m$  (%) : Fractions massique de la matrice ;

$M_e$  : Masse de l'échantillon avant calcination ;

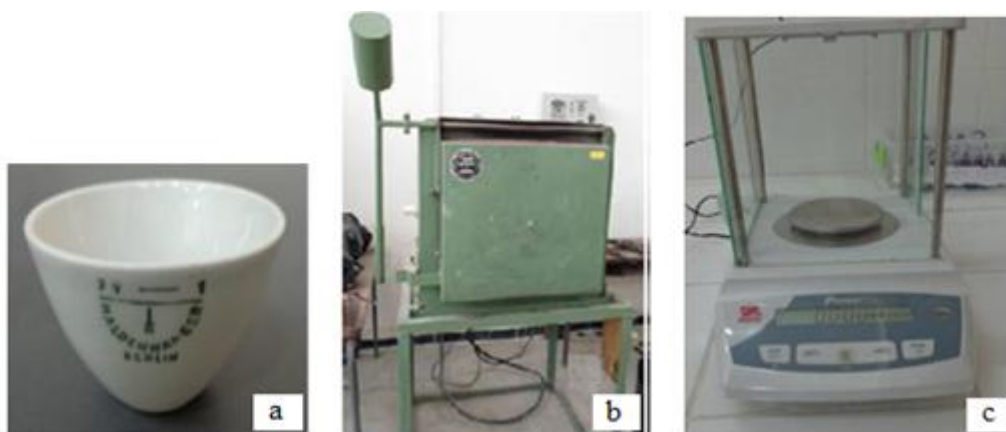
$m_f$  : Masse des fibres + la cendre de gel coat.



**Figure V.8 :** (a) pesé à vide, (b) pesé avec échantillon, (c) pesé après calcination, (d) le creuset et les échantillons après calcination.

#### V.4.2 Matériel utilisé

- Creuset pour mettre les échantillons dedans (figure V.9.a)
- Un four dont la température est réglé à 650° C (figure V.9.b)
- Une balance de précision  $10^{-5}$ g (figure V.9.c).



**Figure V.9:** (a) Creuset, (b) Four, (c) balance de précision  $10^{-5}$ .

Après calcination, il restera juste les fibres et la cendre du gel-coat comme le montre la figure V.10.



Figure V.10 : Les échantillons après calcination.

Les résultats de cet essai sont représentés dans les tableaux suivant :

Masse en (g) des creusets	Cr1	Cr2	Cr3	Cr4
A vide	14,75136	17,42652	17,47163	18,87454
Avant calcination	16,51617	19,40244	19,43351	20,87374
Après calcination	15,37985	18,13941	18,20704	19,59033
Fraction massique des fibres (%)	35,61	36,08	37,48	35,80
Moyenne (%)	36,24			

Tableau V.2 : Résultats de l'essai de perte pour le lot A.

Masse en (g) des creusets	Cr1	Cr2	Cr3	Cr4
A vide	14,75136	17,42652	17,47163	18,87454
Avant calcination	16,64900	19,45670	19,31474	20,84619
Après calcination	15,45178	18,13136	18,16908	19,54543
Fraction massique des fibres (%)	36,91	34,72	37,84	30,03
Moyenne (%)	34,88			

Tableau V.3 : Résultats de l'essai de perte pour le lot B.

Masse en (g) des creusets	Cr1	Cr2	Cr3	Cr4
A vide	14,75136	17,42652	17,47163	18,87454
Avant calcination	17,36324	20,15346	20,25220	21,53961
Après calcination	15,37673	18,07430	18,11934	19,50132
Fraction massique des fibres (%)	23,94	23,75	23,29	23,52
Moyenne (%)	23,63			

Tableau V.4 : Résultats de l'essai de perte pour le lot C.

Masse en (g) des creusets	Cr1	Cr2	Cr3	Cr4
A vide	14,75136	17,42652	17,47163	18,87454
Avant calcination	17,33620	19,99104	20,22097	21,32724
Après calcination	15,35500	18,04582	18,11550	19,49204
Fraction massique des fibres (%)	23,35	24,15	23,42	25,18
Moyenne (%)	24,03			

Tableau V.5 : Résultats de l'essai de perte pour le lot D.

## V.5 Essai de vieillissement

### V.5.1 Conditions de vieillissement

Pour reproduire des conditions de vieillissement proches de celles rencontrées en utilisation réelle, un vieillissement naturel a été réalisé aux matériaux afin d'évaluer leurs comportements dans un environnement marin (l'eau de mer) et ce dans le but de connaître la cinétique d'absorption de ces matériaux dans ce milieu. Pour cela, nous relèverons la variation de masse de l'échantillon durant son immersion dans le solvant en fonction du temps et la teneur massique d'absorption (w %).

### V.5.2 Déroulement de l'essai

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 vieilliss en fonction du temps.

Les échantillons de même dimension que ceux de l'essai de flexion trois points sont, tout d'abord, marqués, pesés, puis immergés dans les bacs d'eau de mer. Ensuite sont sortis des bacs de vieillissement, essuyés par un chiffon doux en surface, puis pesés en utilisant une balance de précision  $10^{-4}$ g (figure V.11), 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 par la relation V.5.

$$W(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100 \quad (\text{V.5})$$

Avec :

- $m_0$  : Masse initiale de l'échantillon ;
- $m$  : Masse de l'échantillon après un temps  $t$  de vieillissement.



**Figure V.11** : Balance de précision  $10^{-4}$ g.

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

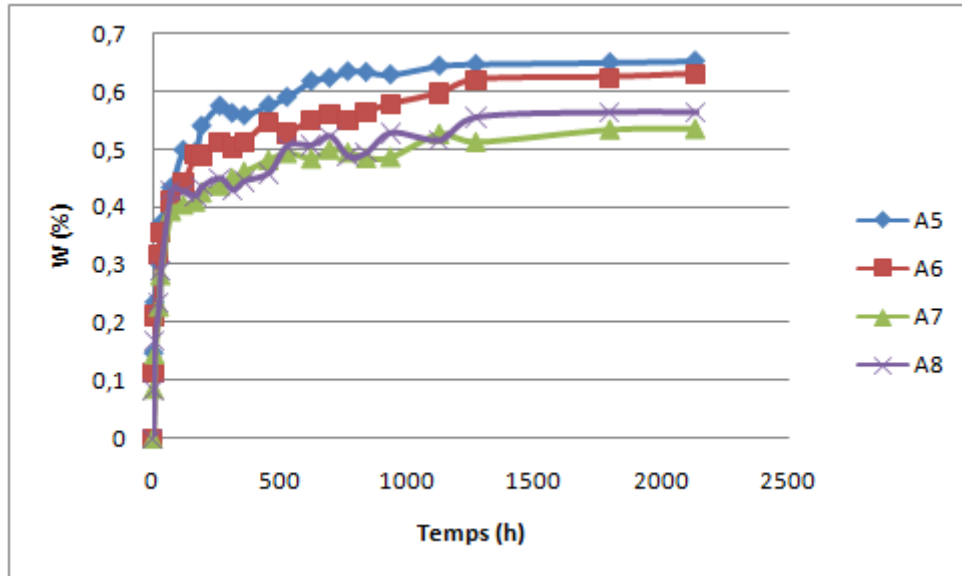


Figure V.12 : Cinétique d'absorption du lot A.

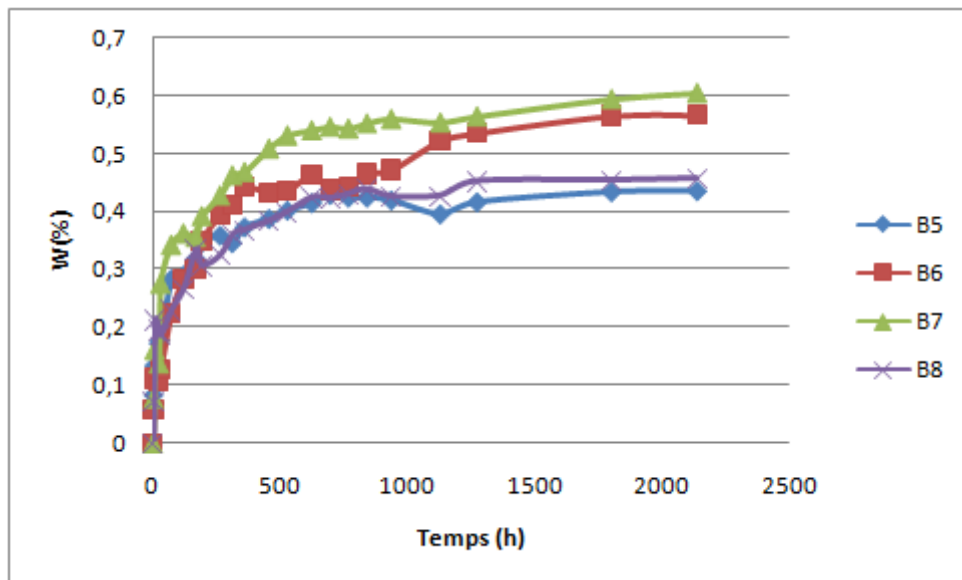


Figure V.13 : Cinétique d'absorption du lot B.

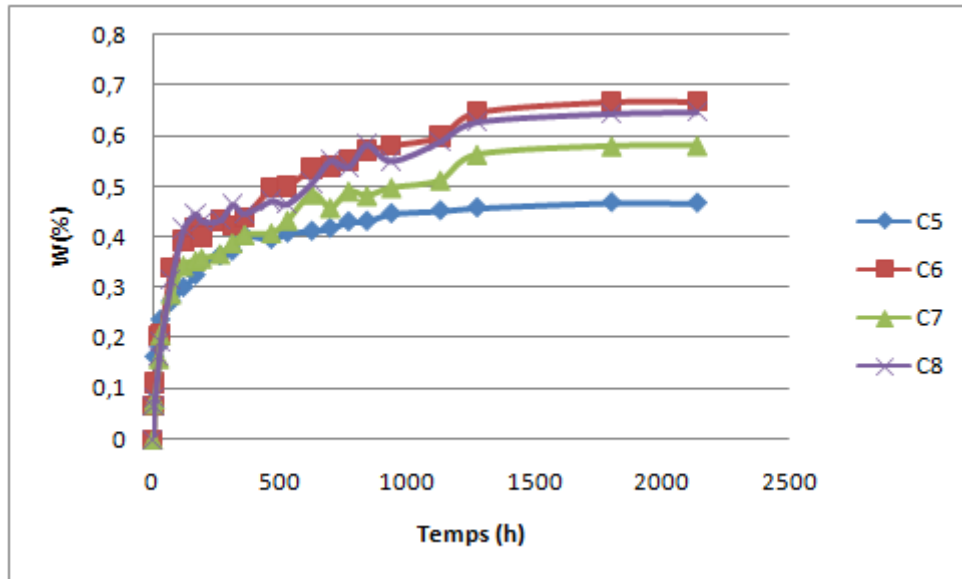


Figure V.14 : Cinétique d'absorption du lot C.

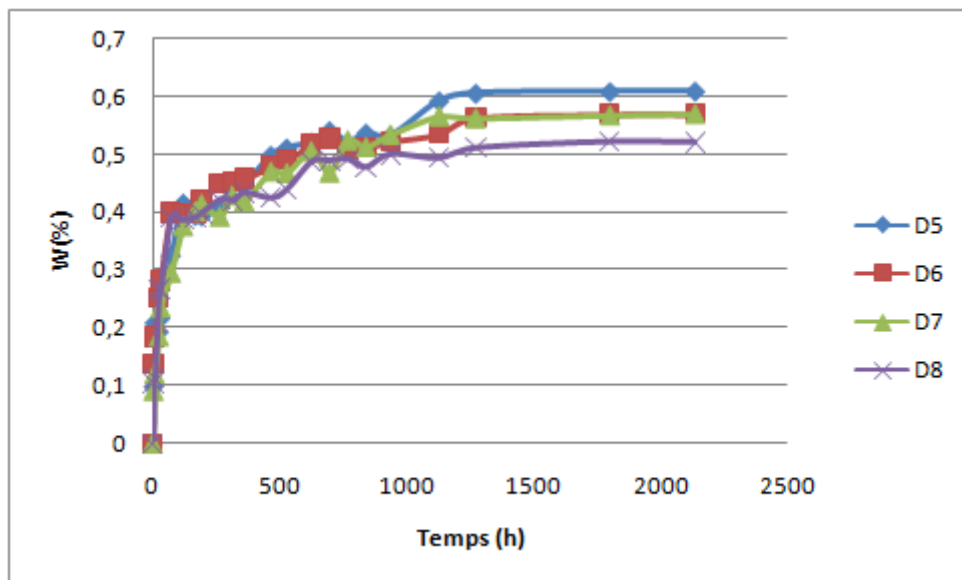
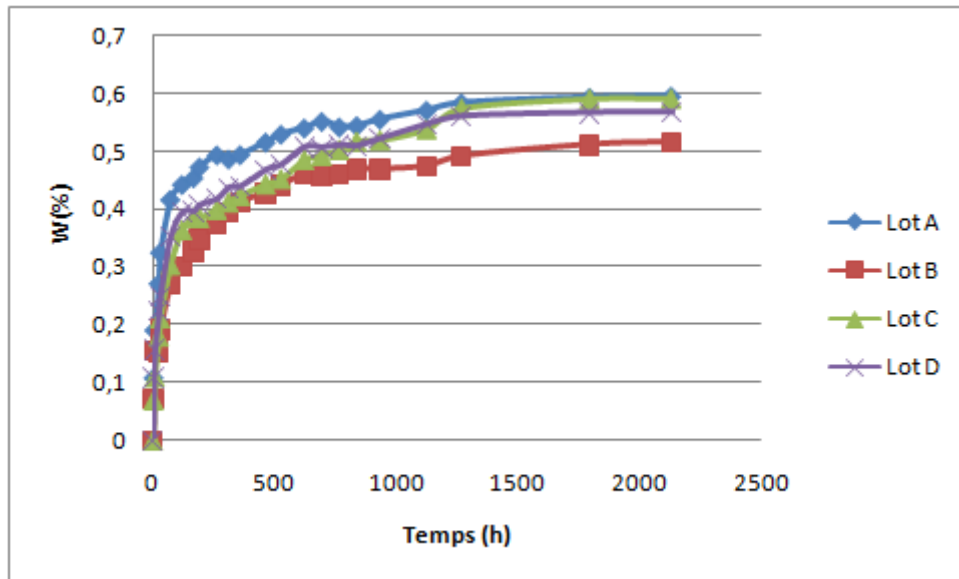


Figure V.15 : Cinétique d'absorption du lot D.



**Figure V.16** : Comparaison des cinétiques d'absorption entre les lots.

### • Analyse des résultats

Les courbes d'absorptions présentent la même allure pour tous les lots. 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  $W_{\infty}$  du solvant représentant l'équilibre atteint : il caractérise la solubilité du solvant dans le matériau (teneur massique d'absorption à l'équilibre) ;
- Une deuxième approchée à une droite parallèle à l'axe des abscisses, correspond au régime permanent de diffusion ou zone de saturation de l'eau dans l'échantillon. 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.6 :

$$D = \left(\frac{\pi e^2}{16 t}\right) \left(\frac{m_t}{m_{ts}}\right)^2 \quad (\text{V.6})$$

Les valeurs de ces grandeurs sont résumées dans le tableau V.6:

Lots	Taux d'absorption à l'équilibre $W_\infty$ (%)	Coefficient de diffusion D (%/h)
A	0,5956	0,0298
B	0,5154	0,0272
C	0,5907	0,0201
D	0,5676	0,0203

**Tableau V.6 :** Valeurs de coefficient de diffusion D et de taux d'absorption  $W_\infty$ .

- Nous remarquons que le coefficient de diffusion D est plus important pour le matériau vierge (Lot A et B) que celui contenant une couche de recyclé (Lot C et D).
- Les figures V.12, V.13, V.14 et V.15 illustrent que le taux d'absorption dans le même lot diffèrent, ce qui peut être expliqué par la présence élevée de porosités. De plus, le taux d'absorption est plus important dans le lot A et C.
- Nous constatons d'après les figures V.12, V.13, V.14, V.15 et V.16 que les cinétiques d'absorption sont aléatoires, elles sont dues au procédé d'élaboration de nos matériaux.

Il en ressort, au vu de ces résultats que la diffusion de l'eau dans les matériaux composites répond à des mécanismes complexes qui font intervenir la matrice, les fibres, les interfaces fibre-matrice, les défauts et les porosités.

## V.6 Essai de flexion trois points

La détermination des caractéristiques mécaniques intrinsèques d'un quelconque matériau nécessite la pratique d'un certain nombre d'essai mécanique. Pour les besoins de notre étude nous avons opté pour l'essai de flexion trois points.

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

### V.6.1 Machine de flexion utilisée

Les essais de flexion sont réalisés sur une machine universelle de type Thumier modèle Z50 montré à la figure V.17. Elle peut effectuer sans encombre la traction, la compression et la flexion, avec changement de mors qui se montent et démontent facilement. Elle est dotée d'une vitesse de chargement qui varie de 1 à 500mm/min contrôlées automatiquement. Elle est constituée essentiellement de deux traverses : une inférieure fixe, et une autre supérieure mobile. Sur chacune des traverses se trouve des mors permettant de positionner l'éprouvette. La machine est pilotée par un ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition qui nous permet d'enregistrer la flèche au centre de l'éprouvette et la force en temps réel au cours de l'essai ; à l'aide d'un capteur de déplacement et d'effort.

Nous avons effectués des essais de flexion à une même vitesse qui est de 2 mm/min et à une température de 25°C.



**Figure V.17 :** Machine et dispositif d'essai de flexion trois points.

### V.6.2 Résultats des essais de flexion trois points

Tous les essais de flexion ont été réalisés dans les mêmes conditions (températures, humidités et vitesse de chargement).

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

$$\varepsilon_{max} = \frac{6hf}{L^2} \quad (V.7)$$

$$\sigma_{max} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (V.8)$$

Avec :

- $\sigma$  : la contrainte normale
- $\varepsilon$  : la déformation relative
- $f$  : flèche mesurée au cours de l'essai pour chaque charge.
- $L$  : distance entre appuis.

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

Lot AC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\varepsilon_e$	E (MPa)
AC1	15,22	3,53	125	10,5	67	0,0494	46	0,0147	3035
AC2	15,39	3,85	181	10,9	81	0,0513	60	0,0197	2958
AC3	15,17	3,86	149	6,2	67	0,0426	60	0,0220	2765
AC4	15,17	3,36	94	12,2	56	0,0610	44	0,0153	3445
Moy.	15,24	3,74	137	9,95	67	0,0511	52	0,0179	3050

**Tableau V.7** : Caractéristiques mécaniques du lot AC non vieilli.

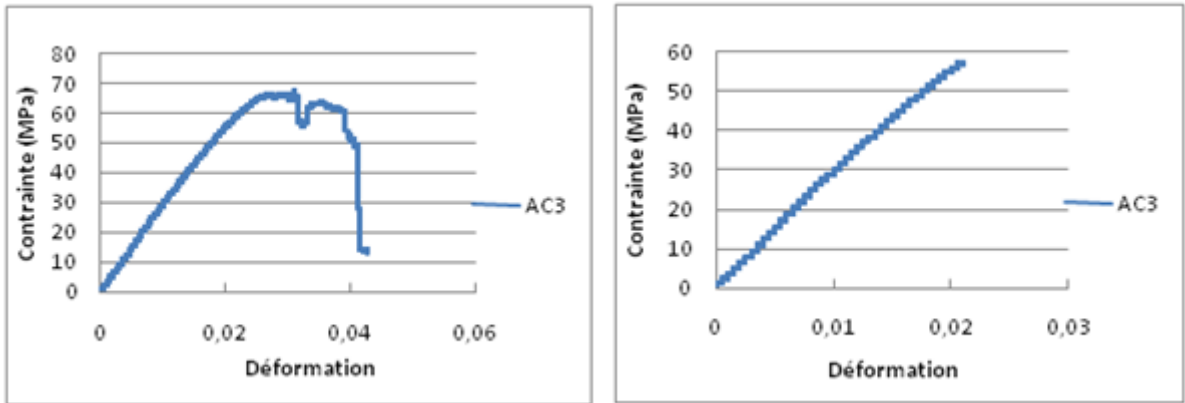


Figure V.18 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AC3.

Lot AC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
AC5	15,22	3,35	109	11,7	65	0,0696	40	0,0178	2506
AC6	14,84	3,57	111	12,2	60	0,0755	36	0,0208	1865
AC7	14,86	4,03	126	6,3	53	0,0559	46	0,0225	2077
AC8	15,13	3,92	119	6,8	52	0,0504	40	0,0224	1844
Moy.	15,01	3,72	116	9,25	57	0,0629	40	0,0209	2073

Tableau V.8 : Caractéristiques mécaniques du lot AC vieilli.

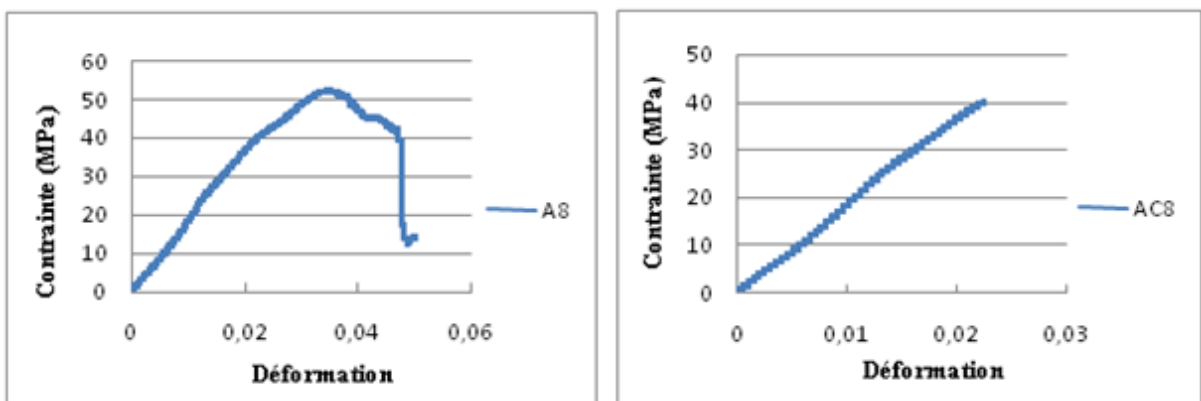


Figure V.19 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AC8.

Lot AT	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
AT1	15.16	4.08	173	9,9	74	0,0633	58	0,0222	2658
AT2	15.43	4.03	162	12,4	70	0,0606	52	0,0219	2420
AT3	15.36	3.83	120	8,4	57	0,0509	46	0,0239	1955
AT4	15.05	3.74	187	12,7	96	0,0610	50	0,0216	2364
Moy.	15,25	3,92	160	10,9	74	0,0589	51	0,0224	2349

Tableau V.9 : Caractéristiques mécaniques du lot AT.

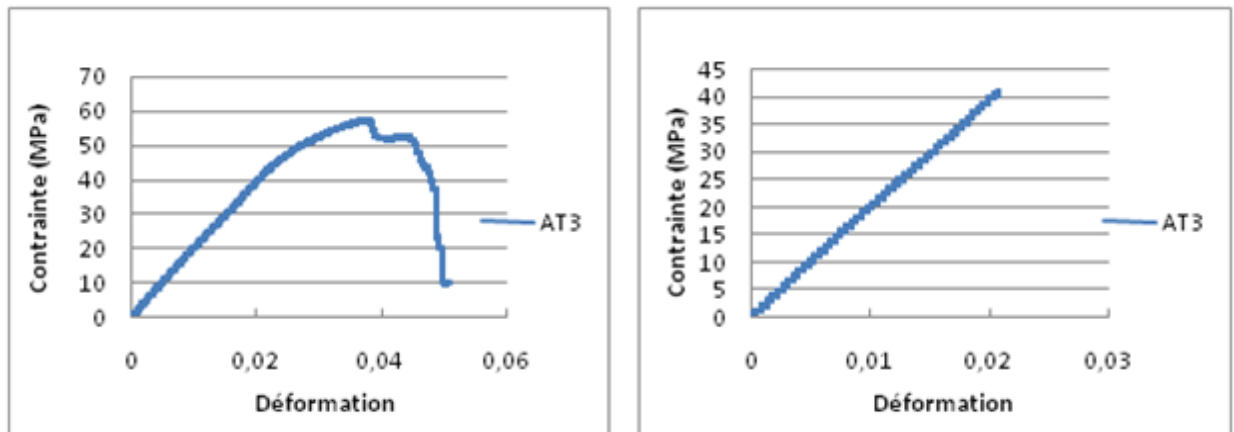


Figure V.20 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon AT3.

Lot BC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
BC1	15,19	3,31	95	8,9	55	0,0577	48	0,0257	2507
BC2	14,62	3,64	145	5,9	72	0,0624	62	0,0229	2723
BC3	14,97	3,38	148	11,2	83	0,0589	60	0,0178	3465
BC4	15,23	3,81	195	5,7	84	0,0619	72	0,0246	2878
Moy.	15,00	3,53	145	7,9	73	0,0602	60	0,0228	2893

Tableau V.10 : Caractéristiques mécaniques du lot BC non vieilli.

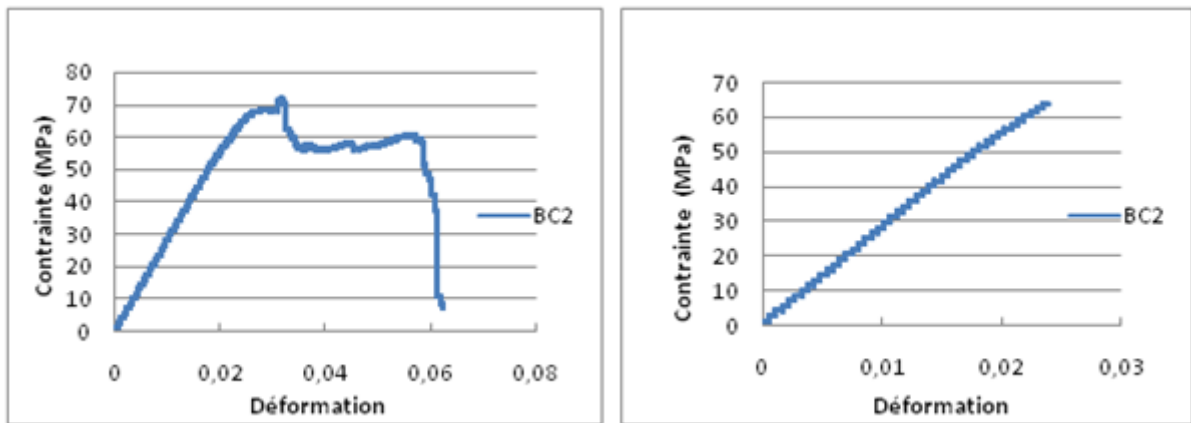


Figure V.21 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BC2.

Lot BC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
BC5	14,92	3,18	94	5,8	56	0,0625	46	0,0207	2255
BC6	14,91	3,37	128	5,8	68	0,0657	56	0,0208	2732
BC7	15,09	3,27	132	6	73	0,0616	60	0,0207	2986
BC8	14,81	3,24	101	5,7	59	0,0664	50	0,0232	2268
Moy.	14,93	3,27	113	5,8	64	0,0641	53	0,0214	2560

Tableau V.11 : Caractéristiques mécaniques du lot BC vieilli.

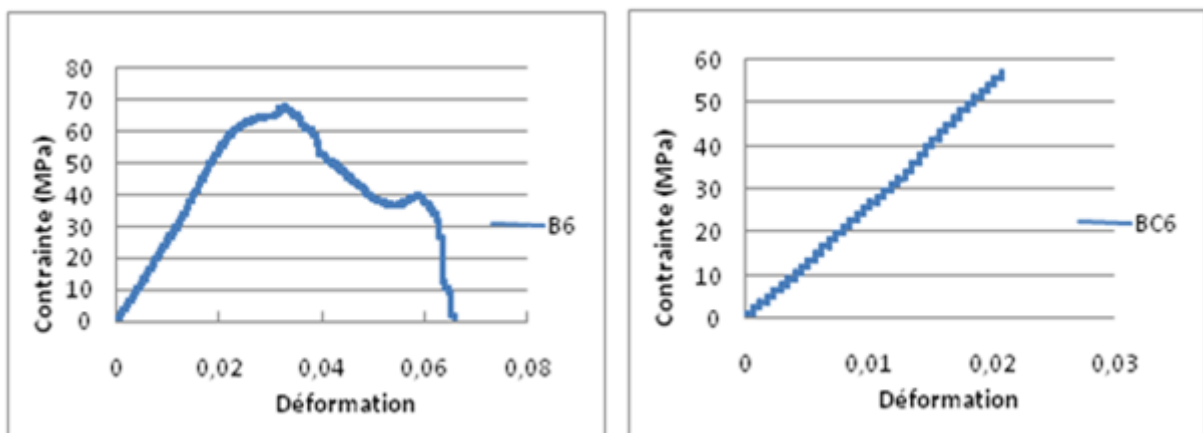


Figure V.22 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BC6.

Lot BT	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
BT1	14.65	4.02	97	7,4	44	0,0609	35	0,0195	1770
BT2	15.04	3.69	115	14	60	0,0647	36	0,0196	1889
BT3	14.94	4.11	95	5	41	0,0561	35	0,0186	1897
Moy.	14,88	3,94	102	8,8	48	0,0606	35	0,0192	1852

Tableau V.12 : Caractéristiques mécaniques du lot BT.

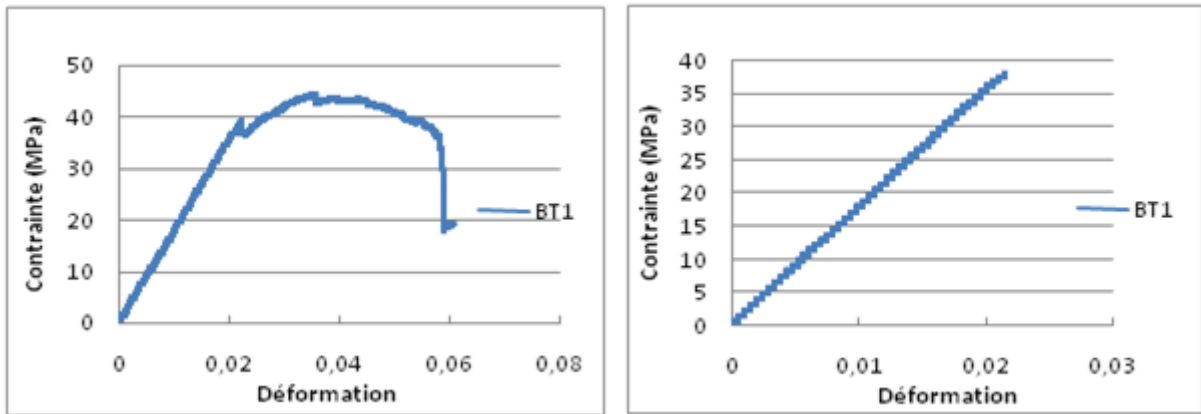


Figure V.23 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon BT1.

Lot CC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
CC1	15,12	3,63	105	12,5	58	0,0755	34	0,0123	2781
CC2	15,43	4,19	161	10,4	66	0,0537	36	0,0146	2523
CC3	15,21	4,03	151	12	68	0,0688	42	0,0158	2641
CC4	14,84	4,46	148	13,5	55	0,0684	38	0,0190	2025
Moy.	15,15	4,07	141	12,1	61	0,0666	37	0,0154	2492

Tableau V.13 : Caractéristiques mécaniques du lot CC non vieilli.

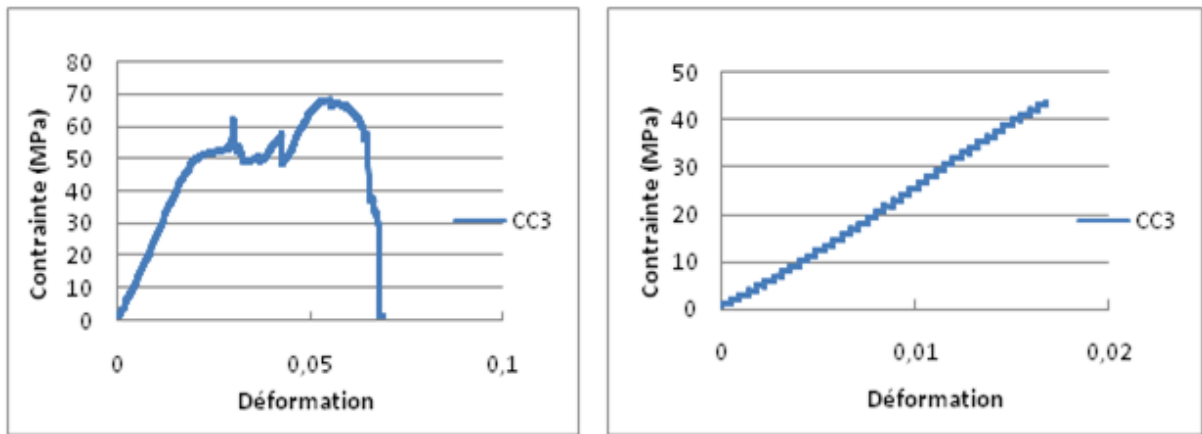


Figure V.24 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CC3.

Lot CC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
CC5	15,75	4,38	167	14	66	0,0763	32	0,0168	1991
CC6	14,91	4,15	106	14	49	0,0688	32	0,0175	1847
CC7	14,90	4,84	166	8,3	57	0,0685	42	0,0222	1941
CC8	14,60	4,31	118	14	52	0,0779	36	0,0181	2029
Moy.	15,04	4,42	139	12,6	56	0,0728	35	0,0186	1952

Tableau V.14 : Caractéristiques mécaniques du lot CC vieilli.

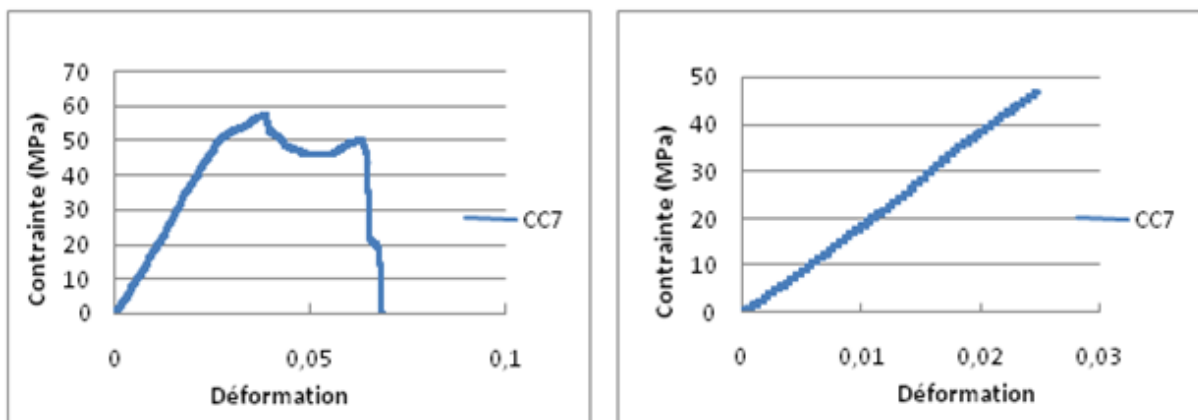


Figure V.25: Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CC7.

Lot CT	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
CT1	15,14	4,44	173	12	69	0,0636	42	0,0241	1779
CT2	15,17	4,50	131	7,3	51	0,0531	46	0,253	1888
CT3	15,24	4,49	200	12,5	78	0,0551	44	0,0218	2080
CT4	15,19	4,23	79	8,2	35	0,0567	30	0,0194	1669
Moy.	15,18	4,41	145	10	58	0,0571	40	0,0795	1854

Tableau V.15 : Caractéristiques mécaniques du lot CT.

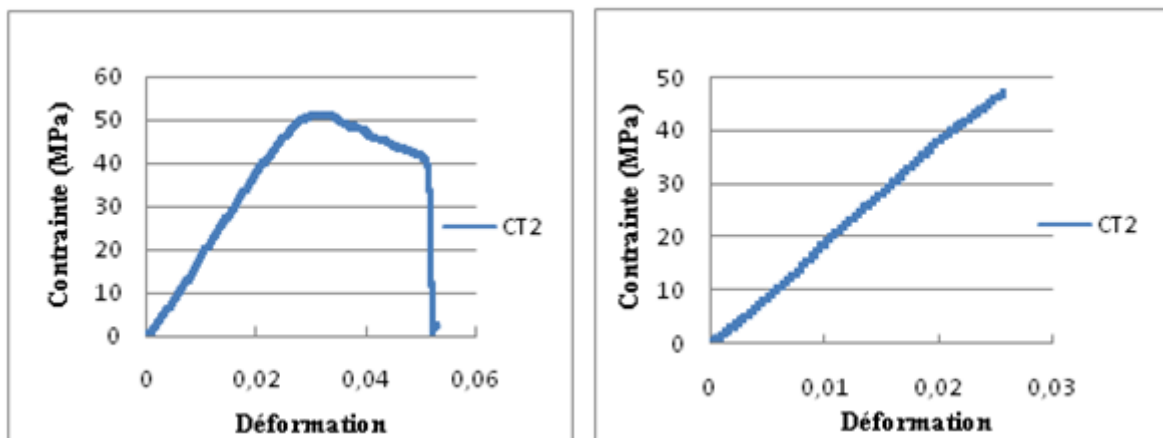


Figure V.26 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon CT2.

Lot DC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
DC1	15,40	5,62	218	9,4	65	0,0555	48	0,0186	2637
DC2	15,38	5,31	198	13	66	0,0511	44	0,0182	2479
DC3	15,44	5,16	200	13,3	71	0,0526	48	0,0157	3161
DC4	15,61	5,40	221	13,1	70	0,0578	50	0,0196	2639
Moy.	15,45	5,37	209	12,2	68	0,0542	47	0,0180	2729

Tableau V.16 : Caractéristiques mécaniques du lot DC non vieilli.

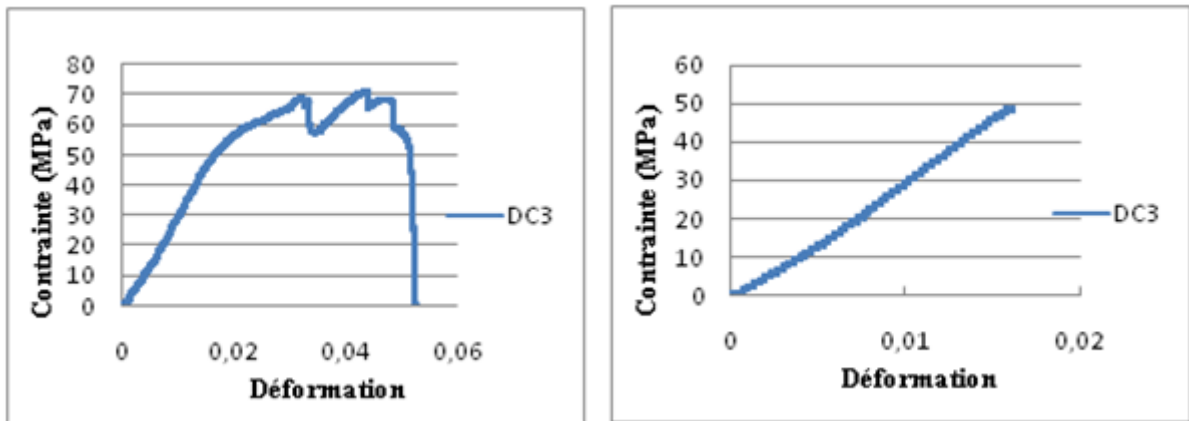


Figure V.27 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DC3.

Lot DC	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
DC5	15,40	5,67	180	9	50	0,0558	34	0,0201	1792
DC6	15,29	4,77	117	14,1	46	0,0574	30	0,0179	1597
DC7	15,01	5,08	162	10,6	58	0,0831	40	0,0187	2213
DC8	15,30	4,86	150	14	57	0,0575	36	0,0158	2381
Moy.	15,25	5,09	152	11,9	52	0,0634	35	0,0181	1995

Tableau V.17 : Caractéristiques mécaniques du lot DC vieilli.

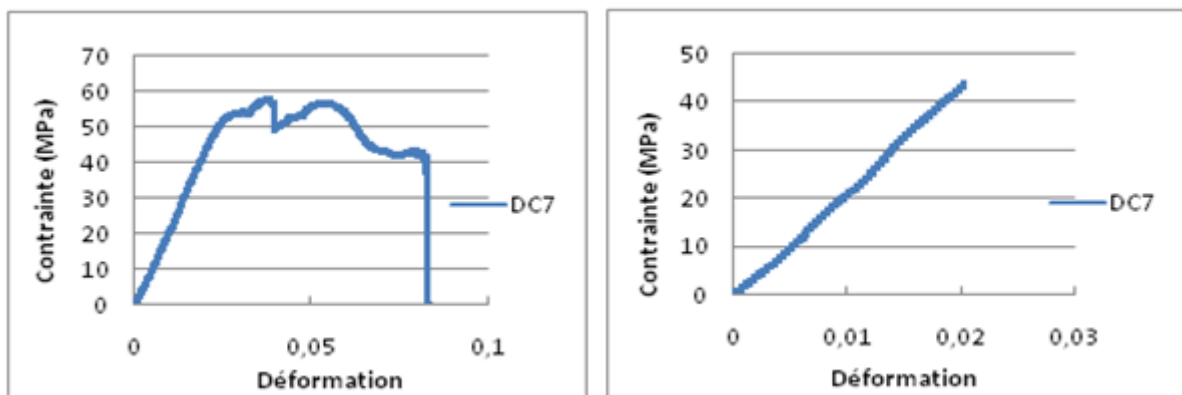


Figure V.28 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DC7.

Lot DT	b (mm)	h (mm)	Pr (N)	fr (mm)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$	$\sigma_e$ (MPa)	$\epsilon_e$	E (MPa)
DT1	15,61	4,96	200	8,3	69	0,0538	50	0,0207	2538
DT2	14,65	4,63	183	15	77	0,0584	34	0,0201	1747
DT3	14,88	4,86	220	14,7	82	0,0583	36	0,0195	1616
DT4	15,02	4,88	132	9,6	48	0,0480	34	0,0181	2010
Moy.	15,04	4,83	183	11,9	69	0,0546	38	0,0196	1977

Tableau V.18 : Caractéristiques mécaniques du lot DT.

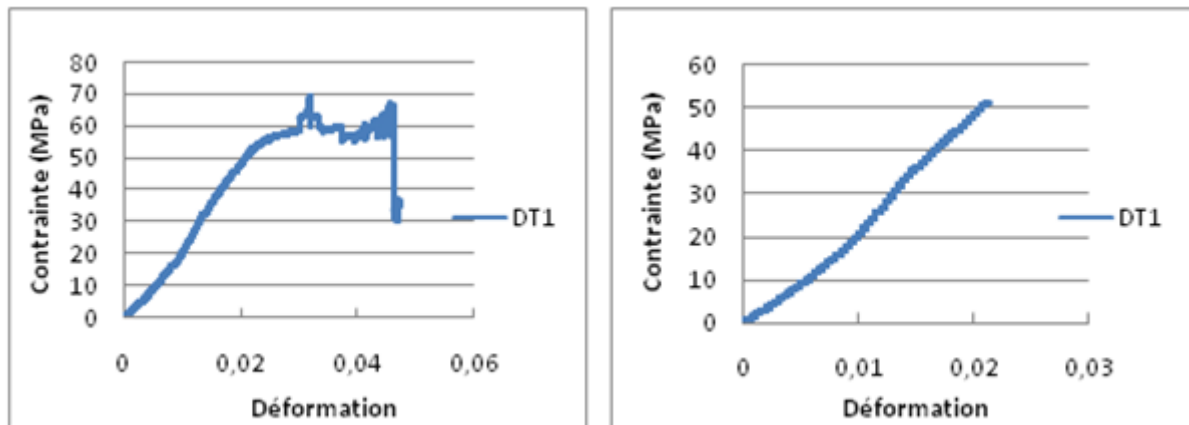


Figure V.29 : Evolution contraintes-déformations de l'échantillon DT1.

### V.6.3 Analyse et comparaison des résultats de 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 l'existence de défauts (bulles d'air) et au procédé d'obtention des matériaux (moulage au contact).

Les caractéristiques mécaniques sont plus importante pour les lots d'éprouvettes qui sont découpée suivant les chaines dans la majorité des cas, elles sont réduites dans

les échantillons qui contiennent une couche de recyclé ainsi que dans les échantillons vieillis par rapport au non vieillis.

Nous relevons selon les courbes contrainte-déformation 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 pli 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 de tissu taffetas (800 g/m<sup>2</sup>) montré par la figure V. 30.



**Figure V. 30** : Eprouvettes rompues en flexion trois points.

- **Effet de l'anisotropie**

Les résultats des contraintes à rupture obtenus en flexion sur les échantillons des différents lots dans la direction des chaînes sont plus importants que celle trouvées suivant la direction des trames pour la majorité des échantillons (figure V.31), ce qui montre que la résistance à la rupture est dépendante de la direction de sollicitations. De même pour les modules d'élasticité (figure V.32), 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.

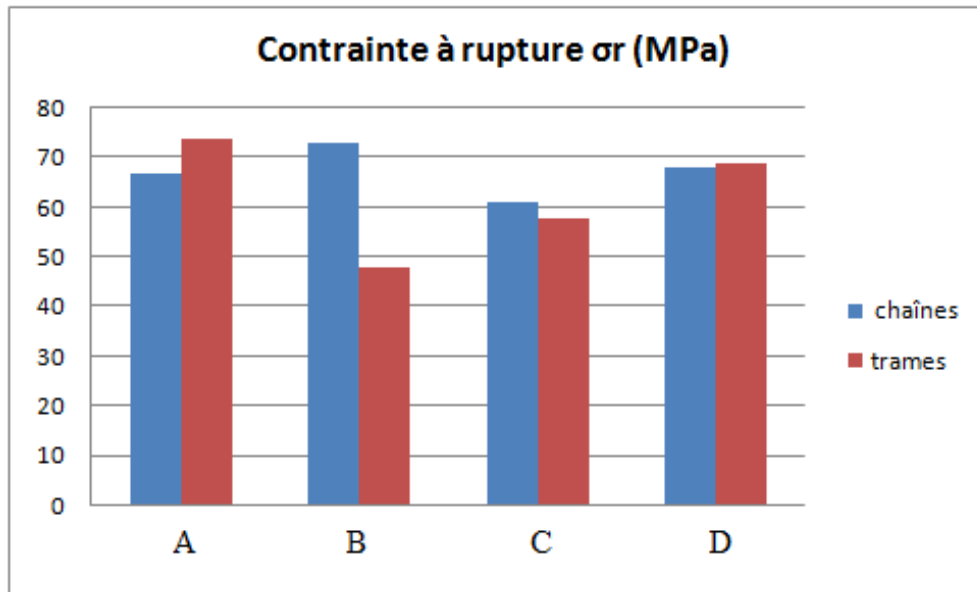


Figure V.31 : Influence de l’anisotropie sur les contraintes à la rupture  $\sigma_r$  pour tous les lots.

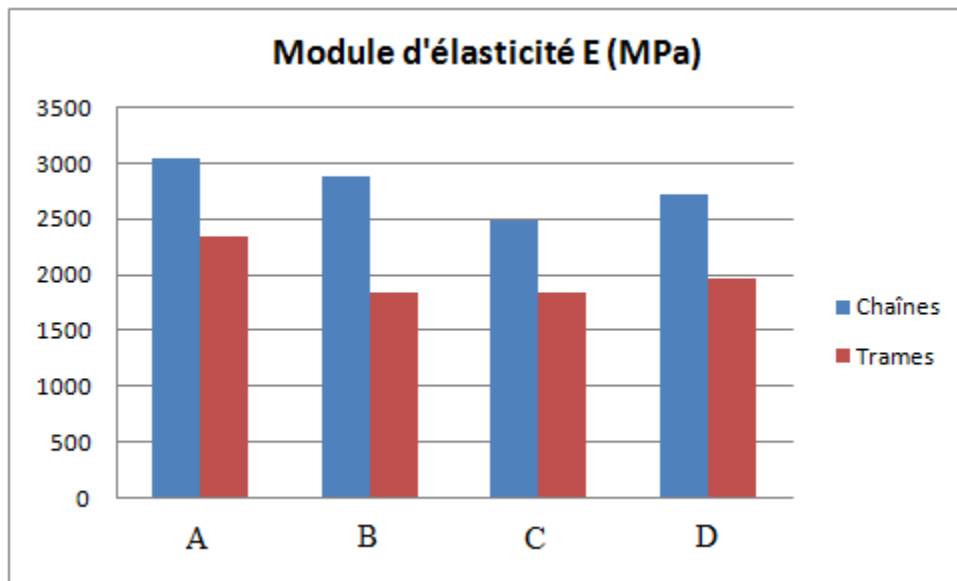


Figure V.32 : Influence de l’anisotropie sur le module d’élasticité E pour tous les lots.

- **Effet du vieillissement**

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

vieillessement (figure V.33 et V.34), ce qui montre que l'eau de mer est un milieu agressif et dégrade les caractéristiques et les performances des matériaux composites.

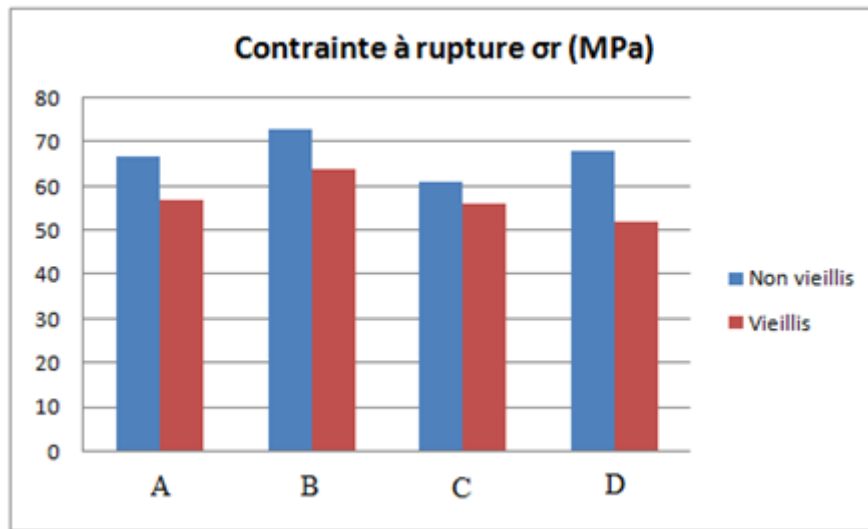


Figure V.33 : influence du vieillissement sur les contraintes à la rupture  $\sigma_r$  pour tous les lots.

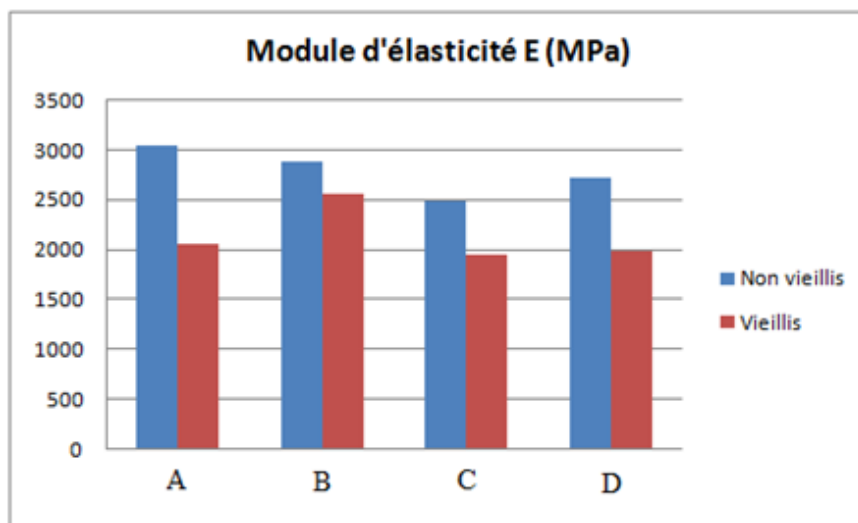


Figure V.34 : influence du vieillissement sur les modules d'élasticité E pour tous les lots.

### V.7 Essai de microdureté

La microdureté a été définie comme résistance d'un matériel à la pénétration permanente par un autre matériel plus dur. 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 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.

Les tests de microdureté ont été réalisés sur un appareil semi-automatique de type ZWICK ROELL ZHV (figure V.35).

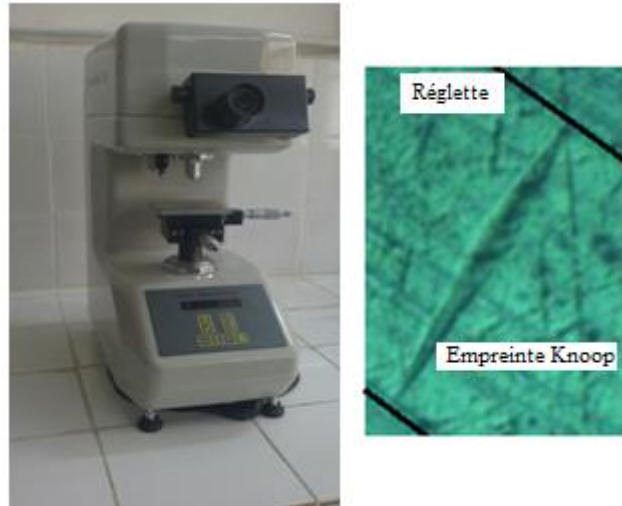


Figure V.35 : Duromètre et empreinte Knoop.

### V.7.1 Microdureté Knoop

L'essai Knoop permet la mesure de dureté des matériaux. Le pénétrateur en diamant est de forme pyramidale à base rectangulaire avec un angle de  $172^{\circ}30'$  entre deux faces opposées et  $130^{\circ}$  pour les deux autres faces. Les charges appliquées sont inférieures à 1kgf. Le pénétrateur laisse une empreinte dont la taille est comprise entre 0.01 et 0.1mm ( $D= 7d$ ). Si on mesure la longueur et la largeur de l'empreinte à l'aide d'un microscope ; la microdureté Knoop (HK) est donnée par la formule V.9.

$$HK = \frac{14.229 F}{D^2} \quad (V.9)$$

où F est la charge en kgf et  $D^2$  l'aire de l'empreinte en millimètres carrés.

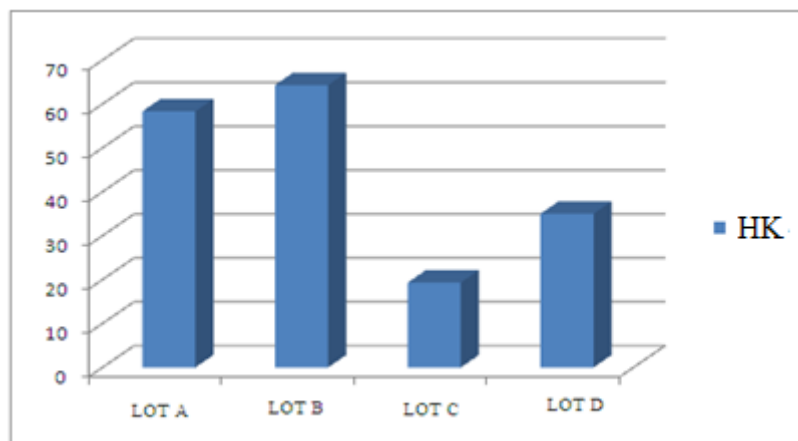
L'essai de microdureté knoop (**HK**) a été effectué sur tous les lots dont les surfaces ont été préalablement polies. Cet essai nous permet de mesurer la dureté de l'échantillon à l'échelle microstructurale.

- **Résultats obtenus**

Après avoir appliqué une charge de 0,05 Kgf à l'aide de microduromètre sur différents échantillons, nous avons obtenu les résultats présentés dans le tableau V.19.

Lot		Test 1	Test 2	Test 3	Moy
A	HK	62	69	54	58,33
	D ( $\mu\text{m}$ )	151,4	155,4	162,2	157
B	HK	61	59	73	64,33
	D ( $\mu\text{m}$ )	152,6	154,8	139,4	148,93
C	HK	17	22	19	19,33
	D ( $\mu\text{m}$ )	206,6	179,2	195,2	193,66
D	HK	29	42	34	35
	D ( $\mu\text{m}$ )	220,7	130,5	203,2	184,8

**Tableau V.19** : Résultats de la microdureté pour les différents lots testés.



**Figure V.36** : Comparaison des résultats de la microdureté pour différents lots.

- **Interprétation des résultats**

Tous les matériaux présentent une dispersion de valeur de la microdureté due à l'hétérogénéité de la distribution des fibres dans la matrice à l'échelle microscopique, cela peut s'expliquer par le fait que pour certains essais le pénétrateur s'est enfoncé

dans des endroits moins durs (la matrice) qui ont résulté les petites valeurs par contre les grandes valeurs sont obtenus sur des endroits plus durs (zone où il y'a des fibres).

### **V.8 Conclusion**

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 et à l'architecture des types de renfort utilisés pour les différentes stratifications.
- Nous obtenons des ruptures en traction (Mode I) pour tous les lots, suivis d'un délaminage (Mode II) inter pli au niveau de tissu taffetas.

### *CONCLUSION GENERALE*

Les résultats obtenus dans le présent travail nous ont permis l'évaluation des caractéristiques intrinsèques d'un matériau composite verre/polyester utilisé par l'entreprise *ISELMAN* pour la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance ainsi que d'autres matériaux contenant une couche de recyclé, en menant des essais statiques monotones. Nous avons suivi la dégradation des propriétés mécaniques et physico-chimiques de ces matériaux ainsi que l'influence du recyclage en effectuant des essais d'absorption dans l'eau de mer, des essais de flexion trois points, des essais de microdureté Knoop et d'essais de perte au feu (calcination) pour la détermination respectivement du taux d'absorption et de coefficient de diffusion, de la contrainte à rupture et du module d'élasticité, de la dureté Knoop (HK) ainsi que le taux de fibres en masse et celui de la résine.

Cependant, les résultats des essais réalisés présentent une dispersion des caractéristiques mécaniques qui peuvent être dues aux hétérogénéités et l'anisotropie des matériaux composites ainsi que le procédé d'élaboration de ces derniers (défauts volumique et surfacique).

Les résultats obtenus montrent que l'immersion dans l'eau de mer provoquent le vieillissement du verre/polyester insaturé pour des temps courts d'immersion, l'absorption de l'eau de mer suit la loi Fickienne aussi bien pour le matériau vierge que pour les matériaux contenant une couche de recyclé.

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

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 permettent bien d'identifier les mécanismes de rupture pouvant se produire dans des structures en service.

Pour les recommandations futures de ce thème de travail, il serait utile de prévoir un travail complémentaire qui traitera :

- 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.
- L'étude du comportement dynamique du matériau vieilli en introduisant l'effet de l'humidité.
- L'étude de la fatigue dynamique et statique des matériaux contenant du recyclé.
- La repense de ce type de matériaux à des basses températures.

# *Bibliographie*

**[1] Pierre JACQUINET**

Utilisation des matériaux composites.  
Ed. HERMES 1991

**[2] John-Marie BERTHELOT**

Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures  
4ème édition, Ed Tec&Doc, Lavoisier, 2005.

**[3] Maurice REYNE**

Technologie des composites  
Edition HERMES, Paris, 1990.

**[4] Laurent Gornet**

Généralités sur les matériaux composites  
École Centrale de Nantes, 2008.

**[5] R.QUATRE MER, J-P TRTIGNON, M.DEJANS ET H.LEHU**

Construction mécanique.  
Edition NATHAN 1996.

**[6] John-Paul BAILON et J.M. DORLOT**

Des matériaux,  
3ème édition, Ecole Polytechnique de Montréal, 2000.

**[7] Louis BERREUR, Bertrand DE MAILLARD**

L'industrie Française des Matériaux composites, étude stratégique réalisée pour le compte de la  
DiGITIP/SIM Rév 2 du 13 mai 2002

**[8] Daniel GUILLON**

Ingénieur ENSAM (Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers).  
Vetrotex International, Branche Isolation et Renforcement de Saint-Gobain

**[9] Techniques de l'ingénieur**

Plastiques, Précis A9, Paris.

**[10] Daniel GAY**

Matériaux composites, 4ème édition revue et augmentée, Editions Hermès, 1997

**[11] CARMA Marine**

Glossaire des matériaux composites  
Centre d'animation régional en matériaux avancés, actualisation octobre 2006.

**[12] PICKERING (S.J.).**

Recycling technologies for thermoset composite materials – current status,  
Composites Part A. Applied Science and Manufacturing, 37, 1206-1215, 2006.

**[13] JEC Strategic Studies, JEC Group**

Main dynamics of the world wide composite industry, Paris, 85 p, 2006.

**[14] Guide Déchets**

Valorisation des déchets composites à matrice thermodurcissable.  
Projet RECYCOMP 2, 2005.

**[15] DE LARY (J.P.), HEMBERT (C.), HENRY (S.) et CAUDRON (J.C.).**

Les composites, un matériau d'avenir, Groupement de la Plasturgie Industrielle et des Composites (GPIC). Plaquette de synthèse de l'enquête, 2003.

**[16] Louis Berreur, Bertrand de maillard, Stanislas nösperger**

L'industrie française des matériaux composites. Etude stratégique réalisée Nodal consultants pour le compte de la iGITIP/SIM. 17 décembre 2001, Rév.2 du 13 mai 2002.

**[17] Patricia KRAWCZAK**

Recyclage des composites. Am 5895 techniques de l'ingénieur 10/07/2011.

**[18] J. Verdu,**

Vieillessement des Plastiques, AFNOR Technique, Paris (1984).

**[19] R. Jacquemet,**

Rapport MRT no86 A 0651 (1988).

**[20] Philippe CASTAING**

Vieillessement des matériaux composites verre-polyester en milieu marin : délaminage d'origine osmotique, L'Institut National Polytechnique de Toulouse (1992).

**[21] ZAIDI Ali**

Etude du comportement de matériaux composites à matrice polymère en fatigue (effet du vieillissement). Thèse magistère, UMMTO, 2014.

**[22] J.B. Fourier**

Théorie Analytique de la chaleur, Dover Publ, New York (1955).

**[23] J. Mercier.**

Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites. These, Paris, 2006.

**[24] SCHEIRS (J.).**

Polymer recycling. Science technology and applications. London :Wiley ; 1998.

**[25] A.C. Loos, G.S. Springer.**

Moisture absorption of graphite-epoxy composites immersed in liquids and in humid air. Composites Materials, vol. 13, 1979.

**[26] Y. Weitsman.**

Effects of fluctuating Moisture and temperature on the mechanical response of resin plate. Journal of. Applied Mechanics, 1977.

**[27] R.T. Graf, J.L. Koenig, H. Ishida**

Modern Plastics, 6, 116, (1984).

**[28] 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.

**[29] J. Gutierrez, F. LE LAY et P. Hoarau.**

Etude 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.

**[30] Virginie MAS LEROUX**

Modèles et procédures statistiques normalisées de calcul de la fiabilité des matériaux, leurs évolutions et leurs limites, 22/06/2009

**[31] G. CHRETIEN**

Matériaux composites à matrice organique. Technique et documentation.  
Edition EYROLLES 1986.

**[32] Hadrien Bidouard**

Etude de l'effet de surcharges sur la tenue en fatigue à grande durée de vie d'un acier Ferrito Bainitique sous chargement d'amplitude variable .Thèse doctorat, L'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2009.

**[33] F. BALLUFIER et A. LEMASCON**

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

**[34] JOHO Pierre**

ESSAI MECANIKUES. 30-9-2007

**[35] Jang-Kyo KIM; Yiv-WING MAI**

Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites; edition ELSEVER, 1998

**[36]A.BEHTANI et H.CHAIBET**

Caractérisation physique et physico-chimique des matériaux composites utilisés à l'O.N.A.A.P. Promotion 2002

**[37] D. Rouby**

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

**[38] Sébastien BLASSIAU**

Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobines.  
Thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

**[39] Safia SAHRI**

Etude de comportement mécanique d'un matériau composite thermoplastique (PP)/verre EFFET de différents milieux, UMMTO, 2012.