

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI OUZOU
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE
LABORATOIRE DE MECANIQUE, STRUCTURES ET ENERGETIQUE



THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES

SPECIALITE : Génie Mécanique

Présentée par

TEKLAL Fatiha

THÈME

RÔLE DES INTERFACES DANS DES COMPOSITES A MATRICES ORGANIQUES, SOLLICITATIONS HORS AXES

Devant le jury composé de :

M. OUALD OUALI Mohand	Professeur	U.M.M. Tizi-Ouzou	Président
M. DJEBBAR Arezki	Professeur	U.M.M. Tizi-Ouzou	Rapporteur
M. Gilles HIVET	Professeur	Université d'Orléans	Co-rapporteur
M. BOUSSAID Ouzine	Professeur	U.B.M. ANNABA	Examineur
M. BEZZAZI Boudjemaa	Professeur	U.M.B. Boumerdès	Examineur
M. FERHOUM Rabah	Professeur	U.M.M. Tizi-Ouzou	Examineur
M. ALLAOUI Samir	Professeur	Université de Reims Champagne-Ardenne	Invité

Soutenue, le 16 décembre 2023

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire LMSE de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, en collaboration avec le laboratoire Prisme de l'université d'Orléans.

Je tiens à présenter mes sincères remerciements à monsieur Arezki DJEBBAR Professeur à l'U.M.M, Tizi-Ouzou pour m'avoir encadré et accueilli dans son équipe de recherche. Je lui suis particulièrement très reconnaissante de m'avoir assisté et orienté le long de ce travail. Ces conseils m'ont été d'une grande utilité.

Ma gratitude et mes vifs remerciements vont à M. Gilles HIVET Professeur des universités à l'Université d'Orléans, qui m'a m'accueille dans son laboratoire, de m'avoir fait partager son gout à la recherche, son encadrement dynamique, sa disponibilité et sa gentillesse, tout au long de mon séjour, j'ai eu admiré et à apprendre de sa simplicité.

J'adresse mes remerciements les plus vifs à M. Samir ALLAOUI Professeur des universités, à l'Université de Reims Champagne-Ardenne, pour la confiance qui m'a accordé, de m'avoir guidé, pour avoir partagé sans limites ses connaissances et sa passion pour la recherche et pour m'avoir aidé a trouvé une orientation pour mon sujet. Sans son aide, ses conseils judicieux, ses encouragements, ainsi que son soutien moral durant ces années de thèse ; il n'aurait probablement pas vu le jour. Qu'il trouve ici toute ma reconnaissance. Je le remercie également de sa présence au sein du jury de cette thèse en qualité d'invité.

Une pensée sincère à M. Yoann Joliff Maitre de Conférences-HDR à l'université de Toulon, laboratoire MAPIEM, pour ça précieuse aide qu'il a apportée pour la finalisation de cette thèse.

Je remercie également toute l'équipe du laboratoire Prisme de l'université d'Orléans, en particulier mes collègues de bureau qui ont fait les bons moments de mon séjour à Orléans.

Je remercie également M. Mohand OUALD OUALI, Professeur à l'U.M.M, Tizi-Ouzou, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Mes remerciements s'adressent également aux membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'assister à ma soutenance et tout particulièrement M. Ouzine BOUSSAID (Professeur à l'U.B.M, Annaba), M. Boudjemaa BEZZAZI (Professeur à l'U.M.B. Boumerdès), et M. Rabah FERHOUM (Professeur à l'U.M.M, Tizi-Ouzou), qui m'ont manifesté bienveillance, disponibilité et réactivité quant à l'examen de ce travail.

En fin, je dédie ce travail :

*A mes parents, à mon mari, mes enfants, mes frères et sœurs,
A toute ma famille,
A tous mes ami(e)s.*

Sommaire

*** Introduction générale**

Chapitre I:

L'Interface : Importance et Moyens d'Etude

I.1. Introduction.....	3
I.2. Interface, interfaces et interphase.....	6
I.2.1. Définitions	6
I.2.2. Notion d'interphase.....	7
I.2.3. Configurations possibles de l'interphase.....	7
I.2.4. Rôle des interfaces et des interphases.....	10
I.3. Effet de l'interface/interphase sur le comportement global du Composite.....	11
I.3.1. Contribution attendue.....	11
I.3.2. Théories de l'adhésion et types de liaison	15
I.3.2.1. Adsorption et mouillage.....	16
I.3.2.2 Interdiffusion.....	19
I.3.2.3. Attraction électrostatique.....	21
I.3.2.4. Liaison chimique.....	21
I.3.2.5. Liaison par réaction.....	22
I.3.2.6. Liaison mécanique.....	23
I.4. Notion d'ensimage	24
I.5. Processus de rupture dans un composite rôle de l'interface.....	25
I.6. Moyens d'étude.....	27
I.6.1. Essais mécaniques sur composites.....	27
I.6.2. Techniques physico-chimiques	28
I.6.3. Essais micromécanique.....	29
I.7. Interface Fibre/Matrice.....	32
I.8. Conclusion	35

Chapitre II :

Caractérisation Micromécanique de l'Interface

II.1. Introduction	36
II.2. Transfert de charge entre la fibre et la matrice.....	36
II.2.1. Modèle de Cox, transfert de charge élastique.....	37
II.2.2. Modèle de Kelly-Tyson.....	38
II.2.3. Modèle Mixte	39
II.3. principe et limitations de test de déchaussement (pull-out)	40
II.3.1. Notion de longueur critique enchâssée.....	42
II.4. Description des différentes tendances des modèles analytique de test pull-out développé.....	43
II.4.1. Modèles utilisant un critère énergétique	44
II.4.1.1. Modèle de Piggott.....	44
II.4.1.2. Modèle de Penn et Chou.....	45
II.4.1.3. Modèle de Palley et Stevans.....	46
II.4.2. Modèles utilisant un critère de contrainte.....	47
II.4.2.1. Analyse de Greszczuk	47
II.4.2.2. Modèle de contrainte moyenne.....	48
II.4.2.3 Analyse de Scheer et Nairn.....	49
II.4.2.4. Les études Raman.....	50
II.4.2.5. Modèle de B.L.T.....	51
II.4.2.6. Modèle Zhang.....	53
II.5. Essai de microindentation.....	54
II.5.1. Modélisation des essais sur composites à matrice organique	54
II.5.1.1. Essai de « push-through » : analyse en contrainte moyenne	55
II.5.1.2. Configuration classique du test : études numériques.....	55
II.5.1.2.1 Approche par éléments finis.....	56
II.5.1.2.2 Approche par éléments de frontière.....	56
II.5.1.3. Modèle de B.L.T	57
II.6. Discussion : validité des différentes modèles.....	59
II.6.1 Calcul d'une caractéristique interfaciale.....	59
II.6.2. Comparaison des différents résultats.....	61

II.6.3. Interprétations.....	63
II.7. Conclusion.....	65

Chapitre III :

Modélisations aux Eléments Finis de Test Pull-Out

III.1.Introduction.....	66
III.2. Énoncé du problème.....	66
III.2.1. La géométrie du modèle et les matériaux.....	67
III.2.2. Caractérisation de l'interphase par Microscopie à force atomique.....	68
III.2.2.1 Principe du microscopie à force atomique.....	68
III.2.2.2. Préparation du matériau.....	69
III.2.2.3.Mesures AFM.....	70
III.2.3. L'épaisseur de l'interface à prendre en compte dans les modèles numériques.....	73
III.3. Approche phénoménologique et numérique.....	73
III.3.1. Méthode de la zone cohésive.....	74
III.3.1.1. Loi de contrôle.....	74
III.3.1.2. Application sous Abaqus.....	78
III.4. Présentation des différents modèles aux éléments finis (M.E.F).....	84
III.4.1. Géométrie et conditions aux limites du modèle 1.....	85
III.4.1.1. Application du frottement dans le modèle 1.....	90
III.4.2. Géométrie et conditions aux limites du modèle 2.....	93
III.4.2.1. Application du frottement au Modèle 2.....	96
III.4.3. Géométrie et conditions aux limites du modèle 3 avec congé.....	99
III. 4.4. Géométrie et conditions aux limites du modèle 4.....	101
III.4.4.1. Sensibilité des différents paramètres.....	101
III.4.5. Géométrie et conditions aux limites du modèles 3D hors axe.....	105
III.4.5.1. Effet de différents angles d'inclinaison de la fibre.....	105
III.5. Synthèse.....	108
III.5.1. Etude critique des différents modèles éléments finis.....	110
III.5.1.1. Validité de l'évaluation de τ_i	110
III.5.1.2. Confrontation du modèle et des résultats expérimentaux.....	110
III.6.Conclusion.....	111

Chapitre IV :

Caractérisation Mécanique-Mode d'Endommagements

IV.1.Introduction.....	112
IV.2.Matériaux de l'étude.....	113
IV.2.1. Préparation des échantillons pour les essais statiques et dynamiques	113
IV.2.2. Découpage des éprouvettes.....	114
IV.3. Essai de perte au feu (calcination).....	115
IV.3.1. Matériel utilisé.....	115
IV.3.2. Déroulement de l'essai.....	115
IV.4. Essais mécanique.....	116
IV.4.1. Essai statique en flexion trois points.....	117
IV.4.1.1. Description de la machine d'essai.....	117
IV.4.1.2. Géométrie des éprouvettes de flexion.....	118
IV.4.1.3. Résultats des essais de flexion trois points.....	119
IV.4.1.4. Effet de l'anisotropie.....	122
IV.4.2. Essai statique en traction hors axes.....	124
IV.4.2.1. Géométrie des éprouvettes de traction.....	124
IV.4.2.2. Résultats des essais de traction.....	125
IV.4.2.3. Interprétations des résultats.....	129
IV.4.2.4. L'effet de l'anisotropie.....	132
IV.4.4. Essai de choc Charpy.....	133
IV.4.4.1. Eprouvettes utilisées en choc.....	134
IV.4.4.2. Mouton pendule utilisé.....	134
IV.4.4.3. Résultats des essais de choc.....	135
IV.4.4.4. Analyse des résultats.....	135
IV.4.4.5. Effet de l'anisotropie.....	137
IV.6. Conclusion.....	138
* <u>Conclusion générale</u>	139

Liste des figures

Figure I.1 : Etat de l'art quantitatif des publications sur les composites et les interfaces/interphases.....	3
Figure I.2 : Illustration schématique des composantes de l'interphase tridimensionnelle entre la fibre et la matrice.....	4
Figure I.3 : Configurations possibles de l'interphase fibre/matrice.....	8
Figure I.4 : Représentation schématique d'un composite unidirectionnel et de ses zones interfaciales.....	10
Figure I.5 : Modèles d'association.....	11
Figure I.6 : Relation entre l'épaisseur de la couche de carbone et la contrainte de cisaillement interfacial.....	13
Figure I.7 : Effet de l'épaisseur de la couche de carbone sur la contrainte de flexion du composite SiC/SiC.....	13
Figure I.8 : Dépendance de la contrainte à la rupture en fonction de l'épaisseur de revêtement.....	13
Figure I.9 : Dépendance de la résistance in-situ des fibres en fonction de l'épaisseur de revêtement.....	14
Figure I.10 : Liaisons d'interface formées.....	16
Figure I.11 : Angle de contact, θ , et énergies de surface, γ_{LV} , γ_{SL} et γ_{SV} , pour une goutte de liquide sur une surface solide.....	18
Figure I.12 : Un modèle schématique d'interdiffusion et de NPI dans un composite à matrice polymère-fibre de verre traité au silane.....	20
Figure I.13 : Mécanisme de transfert de charge par cisaillement de la matrice.....	26
Figure I.14 : Processus de rupture intervenant suite à une rupture de fibre dans un composite unidirectionnel.....	27
Figure I.15 : Exemples des essais micromécanique utilisé pour caractériser l'interface fibre/matrice.....	30
Figure II.1 : Modèles de Kelly/Tyson et de Cox des profils de contraintes de tension dans la fibre et de cisaillement à l'interface.....	38
Figure II.2 : Différents configurations de pull-out : (a) Favre (b) Piggott, (c) Hampe.....	40
Figure II.3 : Courbe typique de pull-out : traction.....	41
Figure II.4 : Schéma de principe du test de la goutte, Courbe typique force/déplacement en traction.....	42
Figure II.5 : Géométrie de l'essai utilisée par Piggott.....	44
Figure II.6 : Modèle de Penn et chou.....	46
Figure II.7 : Définition de la géométrie employée par Palley et Stevans.....	46
Figure II.8 : Allure de la contrainte de cisaillement interfaciale en fonction de la distance par une origine (la méthode du pull-out).....	48
Figure II.9 : Géométrie utilisée par Scheer et Nairn.....	50
Figure II.10 : Équilibre des forces sur une section de fibre.....	51
Figure II.11 : Modélisation de la microgoutte (B.L.T).....	52
Figure II.12 : Courbe de test Pull-out.....	53
Figure II.13 : Courbe de contrainte de cisaillement en fonction de déplacement.....	53
Figure II.14 : Géométrie considérée par Mandell 1986.....	56
Figure II.15 : Géométrie équivalente (coupe).....	57
Figure II.16 : Détermination locale du rayon équivalent.....	59
Figure II.17 : Valeur et dispersion des caractéristiques interfaciales calculées par les modèles de B.L.T, Palley, et de contrainte moyenne.....	64

Figure III.1 : Modélisation de l'essai pull-out.....	67
Figure III.2 : Schéma simplifié d'un microscope à force atomique.....	69
Figure III.3 : Observation par microscopie optique d'un composite UD en fibres de verre avec $V_f=50\%$	70
Figure III.4 : Mesure AFM et sonde Cantilever (surface de contact $\cong 10$ nm).....	71
Figure III.5 : Mesures AFM du module élastique (Young) en fonction de la distance par rapport à la fibre.....	72
Figure III.6 : Zone d'interphase pour la réponse mécanique (AFM).....	73
Figure III.7 : Schématisation de la propagation d'une fissure à l'aide des éléments cohésifs. Scheider et Brocks.....	75
Figure III.8 : Courbe représentative de la loi de contrôle des éléments cohésifs.....	76
Figure III.9 : Schématisation d'un élément cohésif.....	79
Figure III.10 : Création d'un contact « Tie » entre deux surfaces et exemple d'un maillage utilisant ce type de contact.....	82
Figure III.11 : Géométrie d'un élément cohésif 3D (Abaqus™ 2009).....	82
Figure III.12 : Modélisation de l'essai pull-out et maillage du modèle 1.....	85
Figure III.13 : Répartition du champ des contraintes de cisaillement pour les différents déplacements appliqués : (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, et (c)- $U_z=10\mu\text{m}$	86
Figure III.14 : Répartition du champ des contraintes de Von-Mises pour les différents déplacements appliqués : (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, et (c)- $U_z=10\mu\text{m}$	86
Figure III.15 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacement appliqué, $U_z =0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	87
Figure III.16 : Courbe force-déplacement pour les différents déplacements appliqués, $U_z =0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	87
Figure III.17 : Force en fonction de la distance axiale pour les différents déplacements appliqués, $U_z =0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	87
Figure III.18 : La déformation en fonction de la distance axiale pour les différents déplacements appliqués, $U_z =0.1, 1, 10\mu\text{m}$	88
Figure III.19 : Répartition du champ des contraintes de cisaillement pour les différents coefficients de frottement appliqués : (a)- $\mu=0.1$, (b)- $\mu=0.25$, (c)- $\mu=0.35$ et (d)- $\mu=0.5$	90
Figure III.20 : Répartition du champ des contraintes de Von-Mises pour les différents coefficients de frottement appliqués : (a)- $\mu=0.1$, (b)- $\mu=0.25$, (c)- $\mu=0.35$ et (d)- $\mu=0.5$	90
Figure III.21 : Répartition du champ des contraintes normales pour les différents coefficients du frottement appliqués : (a)- $\mu=0.1$, (b)- $\mu=0.25$, (c)- $\mu=0.35$ et (d)- $\mu=0.5$	91
Figure III.22 : Contrainte de cisaillement le long de la distance axiale pour les différents coefficients de frottement appliqués.....	91
Figure III.23 : La déformation en fonction de la distance axiale pour un frottement $\mu=0.1, 0.25, 0.35$ et 0.5	91
Figure III.24 : Courbe force-déplacement pour un frottement de $\mu=0.1, 0.25, 0.35$ et 0.5	92
Figure III.25 : Force en fonction de la distance axiale pour un frottement de $\mu=0.1, 0.25, 0.35$ et 0.5	92
Figure III.26 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 2.....	93
Figure III.27 : Répartition des contraintes de cisaillement pour différents déplacements appliqués : (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$	93
Figure III.28 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour différents déplacements appliqués, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$	94
Figure III.29 : Courbe force-déplacement pour différents déplacements appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	94
Figure III.30 : Force en fonction de la distance axiale pour différents déplacement appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	94
Figure III.31 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacements appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	95

Figure III.32 : La déformation le long de la distance axiale pour différents déplacements appliqués $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$	95
Figure III.33 : La contrainte de Von-Mises le long de la distance axiale pour différents déplacements appliqués.....	95
Figure III.34 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour un déplacement appliqué, $U_z=1\mu\text{m}$, et des coefficients de frottement (a) $\mu=0.1$ et (b) $\mu=0.5$	96
Figure III.35 : Répartition du champ de contraintes de cisaillement pour des coefficients de frottement (a) $\mu=0.1$, et (b) $\mu=0.5$	97
Figure III.36 : Force en fonction de la distance axiale pour un déplacement appliqué $U_z=1\mu\text{m}$, et différents coefficients de frottement $\mu=0.1$ et $\mu=0.5$	97
Figure III.37 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour des coefficients de frottement $\mu=0.1$ et $\mu=0.5$	97
Figure III.38 : Evolution de la force relative de traction (S_f) en fonction de la position du front de fissure (z) : influence du frottement interfacial (μ) - Palley et Stevans (1989).....	99
Figure III.39 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 3.....	99
Figure III.40 : Répartition du champ des contraintes de Von-Mises pour différents déplacements appliqués, (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, (c)- $U_z=10\mu\text{m}$	100
Figure III.41 : Répartition du champ des contraintes de cisaillement pour différents déplacement appliqué, (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, (c)- $U_z=10\mu\text{m}$	100
Figure III.42 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacement appliqué, $U_z=0.1, 1$, et $10\mu\text{m}$	100
Figure III.43 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 4.....	101
Figure III.44 : Répartition des contraintes de cisaillement pour différents déplacement appliqué, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, (c) $U_z=10\mu\text{m}$	104
Figure III.45 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour différents déplacement appliqué, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, (c) $U_z=10\mu\text{m}$	104
Figure III.46 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 3D (0°).....	106
Figure III.47 : (a) Modélisation de l'essai pull-out (b)maillage du modèle 3D hors axe à 15°	106
Figure III.48 : Répartition des Contraintes de cisaillement S_{13} à (a) 0° et (b) 15°	106
Figure III.49 : Répartition des Contraintes de Von-Mises (a) 0° et (b) 15°	107
Figure III.50 : Répartition des Contraintes de Tresca (a) 0° et (b) 15°	107
Figure III.51 : mise en évidence d'une relation linéaire entre le diamètre D et la longueur L de goutte.....	109
Figure IV.1 : Renfort unidirectionnel en carbone utilisé.....	113
Figure IV.2 : Moulage au contact a) Dépôt de tissu b) Imprégnation avec la résine.....	114
Figure IV.3 : Scie à disque diamanté.....	114
Figure IV.4 : Direction de découpe des éprouvettes par rapport à l'axe principale du renfort.....	115
Figure IV.5 : Matériel utilisé.....	115
Figure IV.6 : Echantillon avant et après calcination.....	116
Figure IV.7 : Machine de traction : dispositif de flexion trois points (a) et de traction (b).....	118
Figure IV.8 : Géométrie des éprouvettes.....	118
Figure IV.9 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (0°).....	120
Figure IV.10 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (5°).....	120
Figure IV.11 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (15°).....	120
Figure IV.12 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (30°).....	120
Figure IV.13 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (45°).....	121
Figure IV.14 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (90°).....	121
Figure IV.15 : Evolution contraintes/déformations du lot UD en fonction de l'angle de sollicitation.....	123
Figure IV.16 : Influence de l'anisotropie sur les contraintes à la rupture.....	123
Figure IV.17 : Influence de l'anisotropie sur les modules d'élasticité.....	124
Figure IV.18 : Géométrie des éprouvettes de traction.....	124

Figure IV.19 : Eprouvettes de traction hors axes avec talons.....	125
Figure IV.20 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (0°).....	126
Figure IV.21 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (5°).....	127
Figure IV.22 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (15°).....	127
Figure IV.23 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (30°).....	128
Figure IV.24 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (45°).....	128
Figure IV.25 : Exemple de courbe contraintes/déformations de composite du lot A (90°).....	128
Figure IV.26 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(0°).....	129
Figure IV.27 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(5°).....	130
Figure IV.28 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(15°).....	130
Figure IV.29 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A5/(30°).....	131
Figure IV.30 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A2/(45°).....	131
Figure IV.31 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(90°).....	131
Figure IV.32 : Evolution contraintes/déformations de composite du lot(A).....	132
Figure IV.33 : Influence de l'anisotropie sur les contraintes à la rupture.....	133
Figure IV.34 : Influence de l'anisotropie sur les modules d'élasticité.....	133
Figure IV.35 : Représentation schématique de l'éprouvette impactée.....	134
Figure IV.36 : a) Mouton pendule b) Emplacement de l'éprouvette.....	135
Figure IV.37 : Eprouvettes rompues par choc Charpy.....	136
Figure IV.38 : Energie absorbée en fonction de l'orientation des fibres.....	137
Figure IV.39 : Résilience en fonction de l'orientation des fibres.....	137

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Evaluation G_i , τ_i par divers modèles.....	60
Tableau II.2 : synthèse des résultats obtenus en test de la goutte et pull-out sur des systèmes fibre de carbone/résine époxy en fonction du type de modélisation utilisé.....	62
Tableau III.1 : Les propriétés élastiques des différents constituants.....	84
Tableau III.2 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués.....	88
Tableau III.3 : Paramètres représentatifs des courbes expérimentales et du modèle.....	89
Tableau III.4 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents coefficients de frottement μ pour un déplacement appliqué de $1\mu\text{m}$	92
Tableau III.5 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués.....	96
Tableau III.6 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents Coefficients de frottement et un déplacement appliqué.....	98
Tableau III.7 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués.....	101
Tableau III. 8 : Force et contrainte moyenne calculé pour les différents déplacements appliqués.....	104
Tableau III.9 : Force maximale et contrainte moyenne calculés pour les différents angles d'inclinaison de la fibre et un déplacement appliqué de $U_z = 0.1\mu\text{m}$	107
Tableau III.10 : Comparaison du rapport τ_i/σ_0 obtenu par des études différentes.....	110
Tableau IV.1 : Résultats de l'essai de perte au feu.....	116
Tableau IV.2 : Caractéristiques mécaniques du lot UD en flexion.....	119
Tableau IV.3 : Caractéristiques mécaniques de composite du lot A en traction.....	126
Tableau IV.4 : Résultats des essais Charpy du lot UD en fonction de l'orientation des fibres.....	135

Liste des symboles

- ρ_f : Masse volumique de la fibre [Kg/m³].
- E_f : Module de Young de la fibre [GPa].
- σ_{fR} : Contrainte à la rupture de la fibre [MPa].
- ε_f : Allongement à la rupture de la fibre.
- ν_f : Coefficient de Poisson de la rupture de la fibre.
- ν_f : Fraction volumique de la fibre.
- G_f : Module de glissement de la fibre [GPa].
- α_f : Coefficient de dilatation de la fibre.
- r : Rayon de la fibre [μm].
- ρ_m : Masse volumique de la matrice [Kg/m³].
- E_m : Module de Young de la matrice [GPa].
- σ_m : Contrainte de la matrice [MPa].
- ε_m : Allongement à la rupture de la matrice.
- ν_m : Coefficient de Poisson de la rupture de la matrice.
- ν_m : Fraction volumique de la matrice.
- G_m : Module de glissement de la matrice [GPa].
- α_m : Coefficient de dilatation de la matrice.
- R : Rayon de la matrice [μm].
- E_c : Module d'élasticité du composite [GPa].
- G_{cf} : Ténacité critique de la fibre [J/cm²].
- σ_0 : Contrainte au sommet de la fibre [MPa].
- l_c : longueur critique de la fibre [μm].
- ν_i : Fraction volumique de l'interface.
- T_v : Température de transition vitreuse [⁰C].
- T_f : Température de fusion [⁰C].
- ε_1 : Déformation longitudinale.
- ε_2 : Déformation transversale.
- E_L : Module longitudinal [GPa].
- τ_i : Contrainte de cisaillement de l'interface [MPa].
- τ_d : Contrainte de décohésion [MPa].
- F_d : Force de défibrage [N].
- σ_{\perp} : Contrainte normale [MPa].

σ_R : Contrainte radiale [MPa].
 D_σ : Diamètre de La zone de contact entre le poinçon et la fibre [μm].
 T_m : Epaisseur de la matrice [μm].
 σ_a : La contrainte moyenne appliquée à la fibre [MPa].
 R_{eq} : Le rayon équivalent [μm].
 a_{cu} : Résilience (KJ/m^2).
 U : Energie absorbée (J).
 S : Surface rompue (mm).
 L_{tot} : La longueur totale de l'éprouvette (mm).
 L_e : La longueur enchâssée de l'éprouvette (mm).
 L_u : La longueur utile de l'éprouvette (mm).
 L_t : Longueur de talon (mm).
ILSS : Interlaminar Shear Strength –résistance interlaminaire en cisaillement
(Valeur obtenue par des essais de flexion à appuis rapprochés).
M.E.F : Méthode des éléments finis.
MZC : Méthode de la zone cohésive.
VER : Volume élémentaire représentatif.
AFM : La mesure microscope à force atomique.
FRCs : Des composites renforcés de fibres.

Introduction Générale

Introduction Générale

L'étude et l'application des matériaux composites sont une entreprise véritablement interdisciplinaire qui s'est enrichi des contributions de la chimie, de la physique, de la science des matériaux, de la mécanique et de l'ingénierie de la fabrication. La compréhension de l'interface (ou interphase) dans les composites est le point central de cet effort interdisciplinaire, la preuve que les interfaces sont essentielles aux propriétés des composites. Dès les premiers développements des matériaux composites de diverses natures, l'optimisation de l'interface a été d'une importance majeure. Plus important encore, les idées reliant les propriétés des composites à la structure de l'interface sont encore en train d'émerger. Étant donné la combinaison de la fibre et de la matrice, il est souhaitable que la méthode d'essai fournisse un moyen reproductible et fiable non seulement de mesurer l'adhérence de l'interface, mais aussi de permettre l'étude du mode de défaillance dans la région de l'interface. Mais le plus souvent, une défaillance particulière est supposée avoir eu lieu sans confirmation par des expériences. Cette pratique non seulement rend douteuses les propriétés d'interface obtenues, mais elle dégrade également la valeur globale de la méthode d'essai.

Cependant, tous ces tests peuvent difficilement être considérés comme fournissant des valeurs absolues pour ces propriétés d'interface, même après plus de 30 ans de développement de ces techniques d'essai, cela peut également expliquer pourquoi il y a une dispersion extrêmement importante des résultats des tests pour des matériaux apparemment identiques testés dans différents laboratoires. Les efforts se poursuivent pour améliorer la qualité et la précision des résultats expérimentaux et pour développer de meilleurs modèles mécaniques à la base de ces méthodes d'essai. La question de la compréhension de la composition et des propriétés des interfaces dans les matériaux composites en fibres continue d'évoluer malgré le fait qu'un grand nombre de travaux ont été consacrés à la recherche dans ce domaine. Ces travaux ont fourni un forum centralisé non seulement pour discuter et identifier les problèmes importants du sujet, mais aussi pour diffuser des résultats de recherche importants provenant de diverses sources. Ils conduisent ainsi les efforts de recherche et de développement dispersés dans une direction sensée, tout en aidant à apporter des contributions significatives à l'amélioration de notre compréhension fondamentale des interfaces dans les composites à matrices polymères, métalliques et céramiques.

La caractérisation d'une interface est un problème difficile. Pour caractériser l'influence de l'interface sur la capacité de charge des composites, un certain nombre de techniques expérimentales, telles que les tests d'arrachement et de micro-gouttelettes, de compression (Slice test), d'indentation, et de fragmentation sont couramment utilisées [1-10]. Ces tests impliquent une variété de géométries et d'échelles de spécimens. Par conséquent, ces essais sont considérés comme fournissant des mesures directes des propriétés de l'interface par rapport aux méthodes d'essai basées sur des échantillons composites en vrac.

Le but de cette étude est de comprendre le comportement micromécanique des interfaces dans des matériaux composites à matrice polymère en utilisant le test d'arrachement (pull-out). Le comportement des interfaces dépend de la nature et de la structure des interphases présentes entre fibre et matrice, et jouent un rôle très important sur la nature et la localisation de la

fissuration lors de la décohésion fibre/matrice, et, aussi sur les mécanismes qui opèrent pendant le glissement contrôlé par le frottement. Il est donc nécessaire de caractériser le comportement mécanique de la zone d'interface de manière aussi détaillée que possible. Afin de résoudre le problème d'identification de la force de décohésion permettant la rupture de la liaison entre fibre et matrice.

Dans cette étude nous avons proposé différents modèles d'éléments finis qui a été réalisés à l'aide du code de calcul Abaqus qui permet de concevoir des modèles et de générer des simulations mécaniques. L'interface est représentée à l'aide d'éléments cohésifs (MZC) comme expliqué dans le chapitre III. Pour laquelle une modélisation d'un essai pull-out concernant le comportement de l'interface fibre/matrice permettant de remonter aux conditions de glissement a été établie. Nous avons réalisé une série d'essais de flexion, traction, et de choc Charpy

Le travail de cette thèse est subdivisé en quatre chapitres. Nous présentons au premier chapitre, les propriétés physiques, chimiques et mécaniques de la zone interfaciale, et l'effet de cette dernière sur le comportement global du Composite.

Le deuxième chapitre est consacré à une revue bibliographique des différents modèles analytiques développés pour étudier le comportement d'arrachement (push back) d'une fibre incorporée dans un bloc matriciel pour caractériser l'adhésion interfaciale fibre/matrice. Les modèles analytiques disponibles utilisés pour mesurer la résistance au cisaillement et l'énergie de fracture critique à l'interface sont décrits. Les paramètres influençant ces propriétés, la géométrie des modèles, la longueur d'encastrement de la fibre, le diamètre de la fibre et les conditions de chargement (largeur d'ouverture entre les bords du couteau par exemple), y comprennent les composants (fibre, matrice et interface), le mode de fabrication et les défauts qui en résultent sont discutés en détail.

Des modèles d'éléments finis, M.E.F. (MZC), de l'interface fibre/matrice d'un essai d'arrachement (pull-out) réalisés à l'aide de logiciel de calcul Abaqus fait l'objet de troisième chapitre, il présente la méthodologie, les données d'entrée et les résultats obtenus des différents modèles concernant le comportement de l'interface sont développés et analysés.

Le chapitre quatre est consacré à l'élaboration et la caractérisation du comportement mécanique d'un matériau composite unidirectionnelle haute performance en fibre de carbone et matrice polyester therm durcissable. Nous avons réalisé des essais statiques en flexion trois points, en traction, et en dynamique des essais de chocs Charpy ont été menés pour déterminer la résistance au choc du matériau. Des éprouvettes sont découpées à différents angles de 0°, 5°, 15°, 30°, 45° et 90° par rapport à la direction principale du renfort. Nous avons convenu d'appeler ces essais « hors axes ». Les résultats et les mécanismes d'endommagement engendrés sont discutés et analysés.

Enfin, une conclusion générale et des perspectives d'extension de notre contribution pour des travaux de recherche ultérieurs, parachèvent cette thèse.

Chapitre I : l'Interface, Importance et Moyens d'Etude

I.1. Introduction

La technologie des composites à fibres est basée sur l'exploitation de la grande résistance et de la grande rigidité des renforts, qui sont combinées de diverses manières avec des matériaux de matrice de nature similaire/dissimilaire, créant ainsi des interfaces inévitables. Dans les composites à fibres, la fibre et la matrice conservent toutes deux leur identité physique et chimique d'origine, mais ensemble, elles produisent une combinaison de propriétés mécaniques qui ne peuvent être obtenues avec l'un ou l'autre des composants agissant seul, en raison de la présence d'une interface entre ces deux composants [11]. L'étude du comportement mécanique des matériaux composites se résume bien souvent au deux constituants de base, i.e. la matrice et le renfort. Si la littérature est riche sur le thème des composites, elle est beaucoup plus discrète sur l'influence de l'interface ou d'interphase. Depuis les années 1970 ainsi que sur les dernières années seul, moins de 30% des articles publiés traitent des interfaces alors que seulement 2% des interphases (figure I.1).

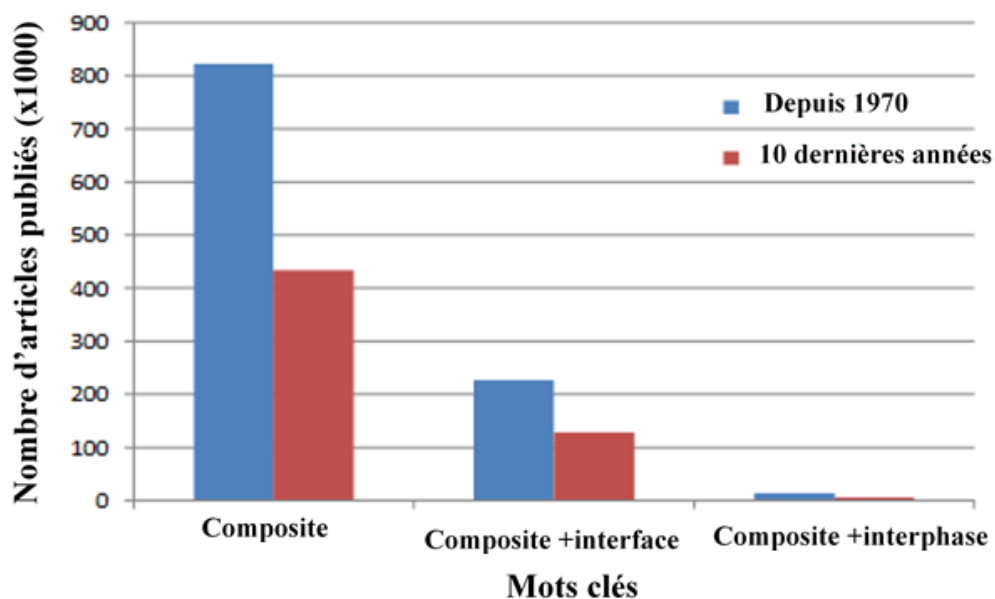


Figure I.1 : Etat de l'art quantitatif des publications sur les composites et les interfaces/interphases.

Le nombre croissant d'utilisations des composites renforcés de fibres (FRCs) dans de nombreuses applications d'ingénierie a fait de la question de l'interface (ou plus exactement, de l'interphase (Drzal et al., 1983) [12]) un centre d'intérêt majeur dans la conception et la fabrication de composants composites. Une définition classique de l'interface dans les composites à fibres est une surface formée par une limite commune de fibre de renforcement et de matrice qui est en contact avec et maintient la liaison entre les deux pour le transfert des

charges. Elle a des propriétés physiques et mécaniques uniques par rapport à celles de la fibre ou de la matrice. La notion d'interface ou d'interphase reste relativement vague, car la zone interfaciale n'existe pas en soi mais est créée lors de la mise en œuvre du composite. Il semble donc très difficile de lui attribuer des propriétés mécaniques.

En revanche, l'interphase est la surface géométrique du contact fibre-matrice classique ainsi que la région de volume fini qui s'étend à partir de celle-ci, dont les propriétés chimiques, physiques et mécaniques varient soit de manière continue, soit de manière progressive entre celles de la fibre en vrac et de la matrice [13]. En d'autres termes, l'interphase existe à partir d'un point quelconque de la fibre, à travers l'interface réelle, dans la matrice, englobant tout le volume modifié au cours du processus de consolidation ou de fabrication à partir des fibres et des matériaux de la matrice d'origine. Par conséquent, la définition antérieure de Metcalfe (1974) [14] pour l'interface peut également être utilisée pour l'interphase : « Une interface est le région dont la composition chimique a été sensiblement modifiée et qui constitue la liaison entre la matrice et le renfort ». La figure I.2 illustre schématiquement le concept de l'interphase selon Drzal et al. (1983) [12]. La figure I.2 montre également les différentes conditions de traitement qui sont imposées à l'interphase pour permettre les réactions chimiques qui ont lieu et les changements volumétriques et les contraintes résiduelles générés. Toutefois, à des fins d'analyse en micromécanique, l'interface est toujours considérée comme infiniment mince et les propriétés de la fibre d'accouplement et de la matrice sont isotropes et homogènes.

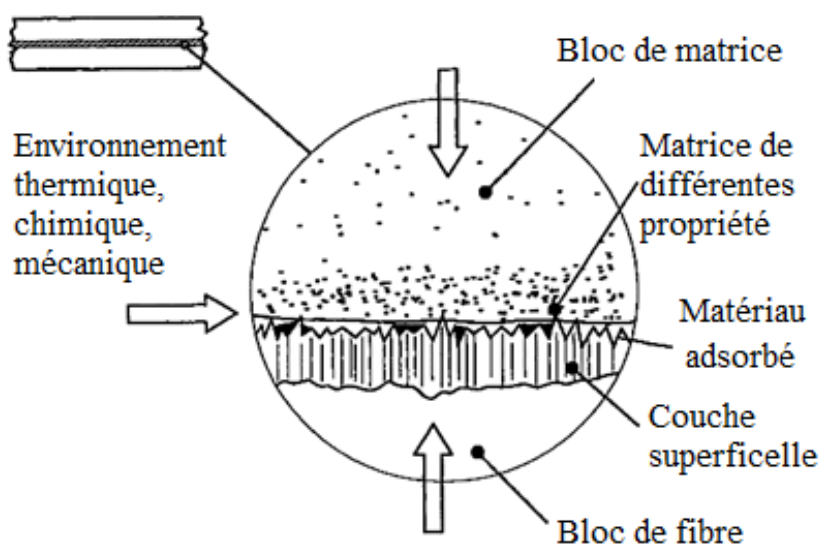


Figure I.2. Illustration schématique des composantes de l'interphase tridimensionnelle entre la fibre et la matrice [12].

Il est bien connu que les propriétés d'une interface sont largement régies par la nature chimique/morphologique et la compatibilité physique/thermodynamique entre les deux constituants et limitent le plus souvent la performance globale du composite en vrac [15-19]. Il existe maintenant une quantité considérable de données probantes concernant les influences des interfaces sur la résistance à la rupture dans les fractures transversales et interlaminaires, la résistance et la rigidité des composites à fibres dans divers modes de défaillance et configurations de charge [20,21], bien que la relation entre les propriétés documentées des matériaux et les performances réelles des composites soit toujours en question. Il s'ensuit donc qu'une connaissance approfondie de la relation microstructure-propriété dans la région de l'interface est une clé essentielle pour la conception réussie et l'utilisation appropriée des composites. En outre, les propriétés de l'interface sont progressivement acceptées comme variables de conception et de processus à adapter pour des applications finales particulières [22]. Bien qu'il n'existe pas de relation quantitative simple connue pour l'optimisation de l'interface d'une combinaison donnée de fibre et de matrice, divers principes chimico-physiques et thermodynamiques-mécaniques, ainsi que l'expérience antérieure, sont des sources d'information inestimables pour concevoir l'interface de manière qualitative. Un certain nombre de solutions potentielles ont été proposées pour améliorer les propriétés spécifiques des composites, en particulier la qualité de la liaison d'interface pour un transfert efficace des contraintes et la résistance à la rupture/ tolérance aux dommages des composites intrinsèquement fragiles sans sacrifier d'autres propriétés mécaniques importantes. Ce document concerne principalement les interfaces dans les composites avancés fabriqués à partir de fibres à hautes performances, comme le verre, le carbone et les matériaux de matrice polymère. Pour contrôler correctement l'interface et ainsi fournir au composite des performances mécaniques et une intégrité structurelle améliorées, il est essentiel de comprendre les mécanismes d'adhésion qui sont spécifiques à chaque système fibre/matrice, et la caractérisation physico-chimique de l'interface en ce qui concerne l'origine de l'adhésion.

L'un des phénomènes les plus importants dans les RFCs pour les applications aux structures primaires porteuses est le transfert de contraintes entre la fibre et la matrice à travers l'interphase/interface. Lorsque les composites sont soumis à diverses conditions de charge, l'efficacité du transfert de charge à travers l'interface joue un rôle important dans la performance globale des composites [23, 24]. Cependant, ces zones (interface/interphase) jouent un rôle prépondérant, comme le montrent Drzal 1986 [25] et Piggott 2004 [26], puisque l'interface et/ou l'interphase assurent la transmission des forces entre la matrice relativement souple et le

renforcement plus rigide. Par conséquent, la contribution du renforcement sur les propriétés mécaniques du composite est directement liée à la qualité de la zone interfaciale [20]. Kim et al [27-29] ont montré qu'une compréhension approfondie de la zone interfaciale est considérée comme l'un des critères de conception des composites. Du point de vue de la mécanique de transfert des contraintes, les analyses théoriques traitant de l'état de contrainte dans la zone d'interface sont essentielles pour comprendre comment et dans quelle mesure les propriétés de l'interface influencent la performance mécanique et le comportement à la rupture des composites. Depuis les premiers travaux pionniers de Cox (1952) et Rosen (1964) [30,31], un certain nombre de modèles ont été développés pour prédire la réponse des matériaux composites en termes de propriétés thermo-mécaniques et de mécanismes de micro-défaillance dans diverses conditions de charge et différentes situations environnementales. Ces modèles vont des modèles physiques simplifiés tels que le modèle de Kelly-Tyson (1965) [32] aux solutions numériques des champs de contrainte et de déformation dans les constituants du composite basées sur des analyses rigoureuses par éléments finis (EF). Le test de fragmentation des fibres présente une analogie significative avec les composites pratiques contenant des fibres courtes alignées lorsqu'elles sont soumises à une tension uniaxiale dans la direction des fibres, car il présente les modes d'endommagement fondamentaux qui sont présents dans les composites à fibres multiples en service.

I.2. Interface, interfaces et interphase

I.2.1. Définitions

Par définition, l'interface est la surface de jonction entre deux matériaux en contact. Dans les matériaux composites, les interfaces sont nombreuses et de nature variée. On peut distinguer deux classes :

- Les interfaces liées au processus d'élaboration (interfaces entre plis, entre mèches) ;
- Les interfaces liées à la structure même du composites, créées par l'association des composants de base (interfaces renfort /matrice).

Dans cette étude, nous nous intéressons à l'interface renfort/matrice dans les composites à renfort fibreux et matrices organiques.

Cette interface a tout d'abord été considérée comme une véritable interface, c'est-à-dire une surface sans épaisseur, notamment tant que l'on s'est contenté d'étudier l'aspect macroscopique des composites. Des études plus fines, à une échelle microscopique, ont montré

que la transition entre la matrice et le renfort n'était pas si brutale et que chaque constituant, de par sa seule présence, modifiait de façon plus ou moins importante la structure de l'autre (Drzal et al. 1982) [33] ; le matériau composite ne résulte pas de la simple juxtaposition de ses constituants mais bien de leur association interactive.

Ainsi, on a pu introduire la notion d'interphase, terme qui désigne une zone interfaciale tridimensionnelle (épaisseur non nulle), ayant une structure et une composition particulières, différentes de celles de la matrice ou de la fibre en masse ; l'interphase désigne en quelque sorte l'aspect microscopique et structural de l'interface.

I.2.2. Notion d'interphase

L'interphase est très souvent représentée par un schéma établi par Drzal (1983) [12] (voir la figure I.2) ; dans un composite à renfort fibreux, elle comprend les couches de surface de la fibre- ainsi que toutes les espèces qui ont s'y greffer-, et une zone de matrice modifiée. En effet, la présence de la fibre peut perturber profondément la structure de la matrice, comme dans le cas des interphases transcristallines [34] pour certaines matrices thermoplastiques. Avec les matrices thermodurcissables comme les résines époxydes, la fibre peut modifier le réseau polymérique en cours de réticulation en développant des liaisons propres, en gênant simplement l'arrangement des chaînes macromoléculaires ou encore en changeant la répartition des différentes phases de la matrice pour des matrices chargées.

Dans le cas de l'existence de liaisons chimiques, la surface externe de la fibre se trouve également modifiée. Cette surface est de première importance, puisque sa réactivité par rapport à la résine et sa géométrie vont largement conditionner le développement des interactions interfaciales. De plus, les couches externes de la fibre peuvent également comprendre un dépôt (revêtement ou ensimage) réalisé en tant que traitement de surface de la fibre, ce dépôt est généralement composé d'un mélange de polymères destiné à protéger la fibre, à faciliter sa mise en œuvre et à améliorer les caractéristiques interfaciales. L'interphase obtenue n'en est que plus complexe.

I.2.3. Configurations possibles de l'interphase

En fonction de l'existence ou non d'un revêtement sur la fibre, des propriétés relatives de ce revêtement et de la matrice (en particulier de leur compatibilité) et des traitements subis (cuisson,...), l'interphase présente des configurations particulières, visualisées figure I.3.

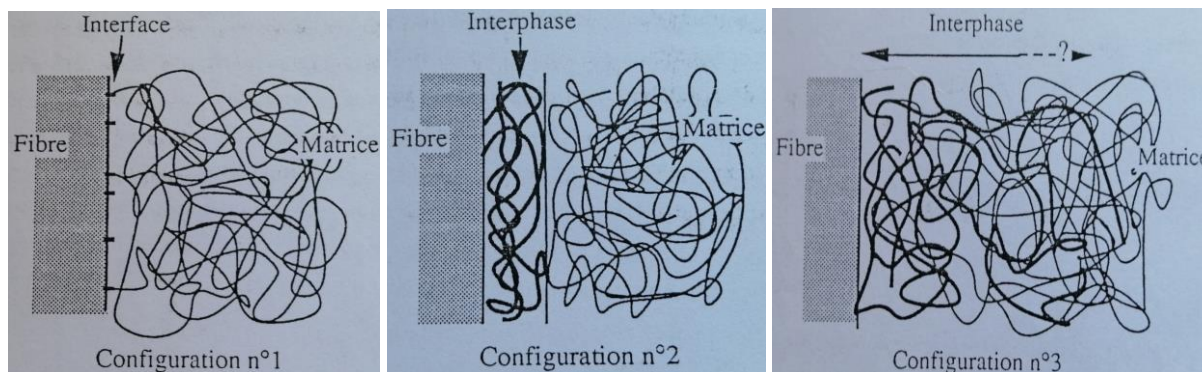


Figure I.3 : Configurations possibles de l'interphase fibre/matrice.

Dans le cas n°1, la fibre ne possède à l'origine aucun revêtement (ou la composition du revêtement est semblable à celle de la matrice et de ce fait, après cuisson, on ne distingue plus sa présence). L'interphase est réduite à la surface de la fibre et à une zone de matrice modifiée par une interaction avec la fibre de quelques nanomètres d'épaisseur.

Dans le cas n°2, le revêtement des fibres forme une couche bien définie, dissociée de la matrice, soit à cause d'une incompatibilité (non miscibilité,...) soit à cause d'un traitement subi (par exemple, traitement thermique antérieur à la mise en œuvre du composite). L'interphase a alors des dimensions plus importantes -typiquement 100nm (Ahlstrom, 1991 [35] : cas d'une interphase élastomère)-, dépendant de la quantité de revêtement initialement déposée sur les fibres. Elle comprend :

- la surface des fibres ;
- le revêtement ;
- une zone potentielle de matrice modifiée à l'interface revêtement/matrice.

Dans le cas n°3, la fibre possède un revêtement de composition différente de la matrice, qui s'est mêlé à celle-ci pour former une interphase à gradient de propriétés dont les limites, du côté de la matrice, sont difficiles à définir. Une telle interphase est constituée de la surface de la fibre et d'une zone étendue de matrice, modifiée de façon plus ou moins profonde suivant la nature du revêtement. Cette zone modifiée possède la composition et les propriétés de la matrice à une certaine distance de la fibre et la composition et les propriétés du revêtement au voisinage de la fibre. Les dimensions de l'interphase sont, dans ce cas, difficiles à connaître ; elles dépendent encore de la quantité initiale de revêtement (et de ses propriétés de diffusion par exemple) et peut atteindre quelques centaines de nanomètres.

Outre la qualité du revêtement, la nature même de la surface de la fibre peut influencer la formation d'une interphase, son étendue et ses propriétés, l'interphase pouvant se révéler anisotrope, caractère que ne lui conférerait pas particulièrement sa structure initiale.

On conçoit aisément, à la vue de la figure I.3, que les interphases créées dans chacune des trois configurations aient des propriétés très différentes. Deux questions se posent alors :

- quelles sont ces propriétés (module, résistance, transition vitreuse,...) ? (vaste question dont la réponse est plus que jamais à l'ordre du jour) ;
- quels effets peuvent-elles avoir sur le comportement du composite final ? (question à laquelle on commence à savoir répondre).

Car, après tout, l'échantillon composite qui intéresse l'utilisateur a des dimensions (et des défauts !) telles que l'interface et ses centaines de nanomètres d'épaisseur peuvent y apparaître comme une quantité totalement négligeable.

• **Evaluation du taux volumique d'interface**

Considérons un composite à fibre longues, de longueur L, composé de n fibres, parfaitement alignées, de rayon r et de taux volumique v_f . On peut, en première approche, représenter les zones interfaciales par des cylindres d'épaisseur e entourant chaque fibre comme une gaine (figure I.4).

Le volume occupé par les fibres vaut : $V_f = n\pi r^2L$

Celui occupé par les interphase: $V_i = nL\pi((r+e)^2 - r^2) = nL\pi e(2r+e) = V_f e(2r+e)/r^2$

Ce qui s'exprime encore en fraction volumique ($v = V/V_{total}$) :

$$v_i = v_f e (2r+e)/r^2$$

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

Nous avons alors :

Pour $v_f = 60\%$

$r = 3,5\mu\text{m}$

$10 \leq e \leq 100\text{nm}$

$$\longrightarrow 0,34 \leq v_i \leq 3,5\% \text{ (% en volume)}$$

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

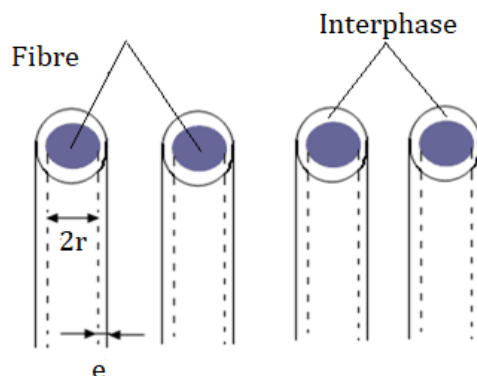


Figure I. 4 : Représentation schématique d'un composite unidirectionnel et de ses zones interfaciales.

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

I.2.4. Rôle des interfaces et des interphases

Il est reconnu que le comportement mécanique des composites à matrice organique à renforts fibreux dépend fortement de la liaison entre fibre et matrice, qui s'est établie entre les constituants lors de l'élaboration du composite. Cette liaison est constituée d'une ou plusieurs interphases et interfaces. L'*interphase* est une zone concentrique à la fibre, d'épaisseur fine (en général quelques 10 ou 100 nm) et de nature chimique définie (formée par un ou plusieurs constituants élémentaires du composite lors de son élaboration). Elle peut être également une fine couche introduite volontairement dans le but de protéger la fibre ou de contrôler la liaison interfaciale, ou bien encore de contribuer à améliorer la compatibilité chimique fibre/matrice. Les interfaces désignent les surfaces séparant les interphases entre elles ou une interphase de la fibre ou de la matrice [36].

Le problème qui se pose lors de la conception d'un composite est de savoir quelle doit être l'intégrité de la liaison fibre/matrice sur le plan physico-chimique et sur le plan mécanique. Répondre à cette question suppose que l'on sache : (i) mesurer la force de la liaison fibre/matrice par des tests micromécanique appropriés, (ii) identifier l'origine physicochimique de cette liaison, (iii) recréer à volonté des liaisons fibre/matrice d'intensité contrôlée et (iv) déterminer quels sont les critères à satisfaire. La mesure de l'intensité de la liaison fibre/matrice peut être approchée par l'essai de pull-out ou mieux par l'essai d'indentation (*push-in*), ou encore par mesure du pas de fissuration matricielle sur composites

réels ou sur composites modèles [37, 38]. Dans notre travail, nous nous sommes intéressées à la caractérisation de la liaison fibre/matrice par l'essai de pull-out.

I.3. Effet de l'interface/interphase sur le comportement global du Composite

I.3.1. Contribution attendue

Les résultats concernant l'influence de l'interface/interphase sur les propriétés du composite proviennent soit d'étude mathématique (numérique ou analytique), soit de mesures expérimentales. Les modèles mathématiques prennent en compte les propriétés de l'interface/interphase (module, épaisseur) et analysent les effets de leur évolutions sur les propriétés macroscopique du composite. En ce qui concerne les travaux expérimentaux, ils consistent à tester des composites dont l'interface est variable de par sa nature et/ou son épaisseur. Dans les deux cas, cette influence est fortement conditionnée par le type de sollicitation appliquée ; une façon simple de la mettre en évidence est d'appliquer la loi des mélanges pour les deux modèles analytiques de *Reuss* et *Voigt* [39, 40] qui correspondent à des schémas de morphologie du matériau multiphasé en série et en parallèle respectivement, figure I.5 (a) association en série (exemple : traction transverse) formule I.1), (b) association en parallèle (exemple : traction longitudinale) formule (I.2).

$$\frac{1}{E_c} = \frac{\nu_f}{E_f} + \frac{\nu_m}{E_m} + \frac{\nu_i}{E_i} \quad (I.1)$$

$$E_c = E_f \nu_f + E_m \nu_m + E_i \nu_i \quad (I.2)$$

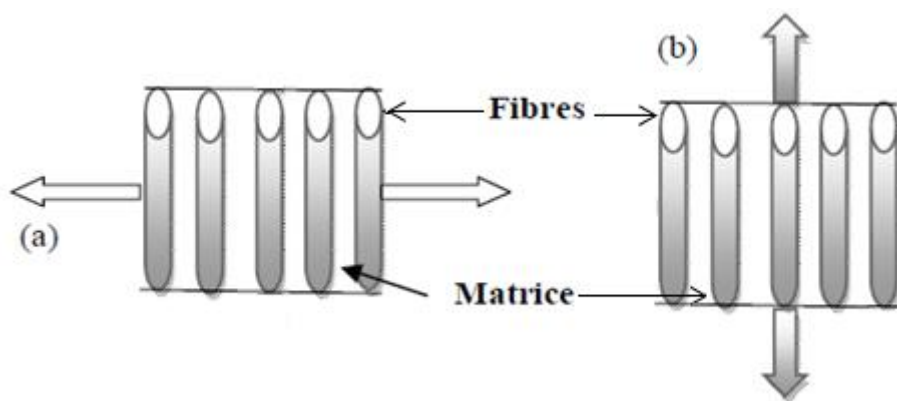


Figure I.5 : Modèles d'association

Dans le cas (a), si le terme ν_f/E_f est négligeable devant ν_m/E_m (module élevé de la fibre de renforcement par rapport à celui de la matrice), le terme ν_i/E_i dans ce cas doit être pris en compte. Il peut devenir important par exemple dans le cas d'une interphase élastomère dont le module peut être 100 fois inférieur à celui de la matrice (la fraction volumique d'interphase ν_i

pouvant approcher 10% de celle de la matrice). L'interface (a), dans ce cas un effet marqué sur le comportement du composite. De façon générale, cet effet est important pour toutes les sollicitations faisant intervenir directement la matrice, comme la traction transverse ou les fibres ne sont pas sollicitées [41, 42], les essais de cisaillement [43], de ténacité [44, 45], ou encore les essais de traction sur des polymères chargés [46]. De nombreuses études font ressortir l'effet spécifique de l'épaisseur de l'interphase [46-49,...], celle-ci présentant un optimum vis à vis des propriétés du composite. Il apparaît également expérimentalement qu'un trop faible module interfacial affecte celui du composite [46]. Dans cette optique, des tests mécaniques en push-out sur des composite SiC/SiC avec différentes épaisseur de carbone, est réalisés par Hinoki et al [50], montrent que le cisaillement interfacial diminue rapidement avec l'augmentation de l'épaisseur du carbone (figure I.6). Lui-même a aussi réalisé des tests en flexion trois points sur les mêmes éprouvettes. Les résultats (figure I.7) montrent l'influence jouée par l'épaisseur de l'interphase carbone : ces essais montrent que le composite SiC/SiC avec une épaisseur d'environ 1 µm de revêtement du carbone présente une contrainte de flexion maximale. Ce phénomène est aussi confirmé par Singh et al. [51] (figure I.8). En utilisant les valeurs du rayon miroir, ces auteurs ont estimé la résistance en traction des fibres selon l'équation I.3 :

$$\sigma_f \cdot R_m^{1/2} = A_m^m \quad (I.3)$$

où R_m est le rayon de miroir, σ_f est la résistance à tension, et A_m est la constante de miroir qui est reliée à la ténacité du matériau. Ils ont supposé A_m égale à 3,5 MPa /m^{1/2} suite aux travaux de Thouless et al. [52]. La distribution de la résistance des fibres dans le composite est décrite par le module de Weibull (l'équation I.4) :

$$P_R(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (I.4)$$

où P_R est la probabilité à la rupture dans une contrainte donnée σ , m est le module de Weibull et σ_0 est la paramètre d'échelle qui correspond à une valeur caractéristique de la résistance de la fibre. Les résultats sont montrés en figure I.9. Ces résultats montrent que la résistance des fibres augmente avec l'épaisseur de revêtement du carbone, et atteint une valeur maximale pour une épaisseur d'interphase de 1 µm.

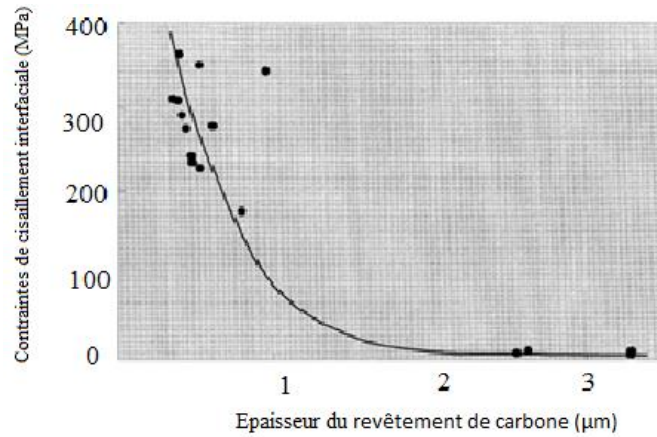


Figure I.6 : Relation entre l'épaisseur de la couche de carbone et la contrainte de cisaillement interfacial [50].

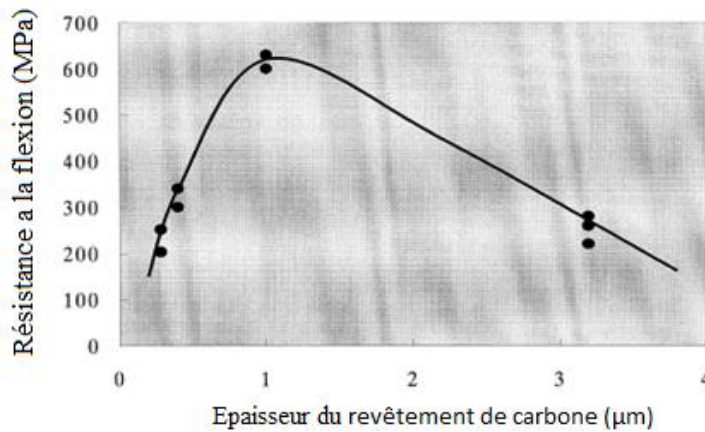


Figure I.7 : Effet de l'épaisseur de la couche de carbone sur la contrainte de flexion du composite SiC/SiC [50].

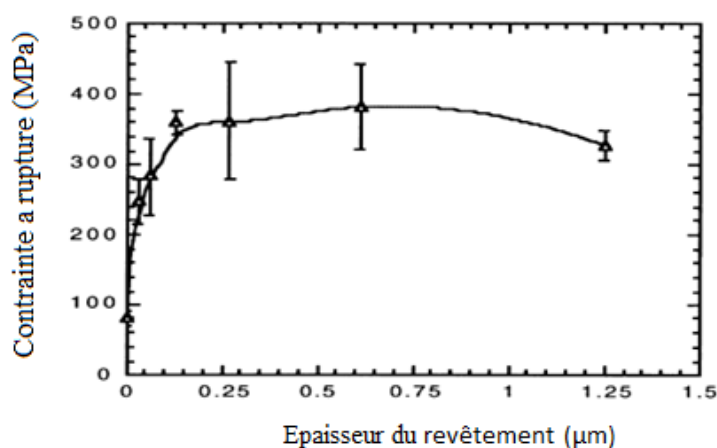


Figure I.8 : Dépendance de la contrainte à la rupture en fonction de l'épaisseur de revêtement [51].

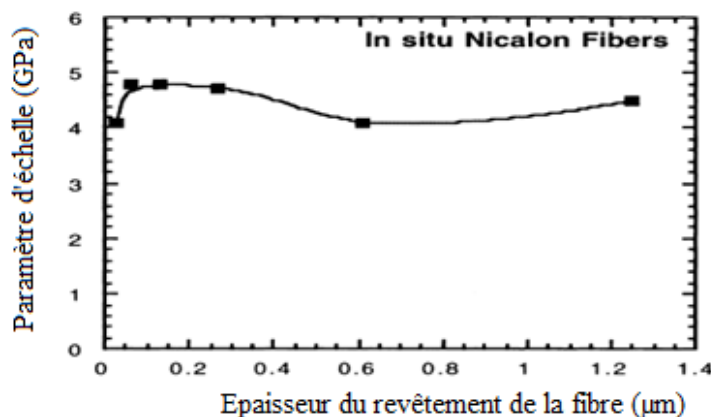


Figure I.9 : Dépendance de la résistance *in-situ* des fibres en fonction de l'épaisseur de revêtement [51].

L'épaisseur de la zone d'interphase comprise entre 100 et 200 nm pour les matériaux composites à fibre de carbone/époxy selon Wu et al. (2000) [53]. Cependant, l'épaisseur et les propriétés de l'interphase dépendent des changements locaux de processus chimiques et physiques tels que la cristallisation et la réticulation au voisinage de la fibre. Par exemple, pour les composites à fibre de verre-S /époxy, l'épaisseur de l'interphase varie de 10 à 1000 nm [54]. L'interphase est soit conforme ou fragile en fonction du système composite. Pour les composites verre-S/ époxy et graphite/époxy, l'interphase est beaucoup plus souple que la matrice [54]. D'autre part, l'interphase est plus rigide que la matrice pour certains matériaux composites carbone-époxy non enrobés, ou composites GF / polyester [55]. L'analyse d'image micrographique de la région d'interphase suggère que cette dernière a un gradient dans les propriétés du matériau de telle sorte qu'elle corresponde à la propriété de la fibre et la matrice au niveau des limites [54]. La rigidité relative de la région d'interphase dépend aussi de l'épaisseur de la couche d'interphase. Une couche intermédiaire plus épaisse se traduit par une interphase rigide tandis qu'une couche intermédiaire mince présente un comportement plus doux [55].

Le cas (a), association en série, montre le poids que peut avoir l'interface sur les propriétés à ruptures. Des trois éléments fibre, matrice et interface, c'est le maillon le plus faible (celui ayant la moins bonne résistance) qui amorcera la rupture. Ainsi, comme l'a noté Ivens (1993) [56], au-dessous d'un certain seuil (associé à la résistance à rupture de la matrice), l'interface est le paramètre limitant (le point faible) qui gouverne le comportement à rupture du composite. Dans le cas (b), association en parallèle, l'effet de l'interface est moins évident, dans la formule (I.2), le terme $E_f.v_f$ est prépondérant et la contribution interfaciale demeure faible, même devant celle de la matrice. Son effet sur le module du composite comme le font ressortir certains travaux expérimentaux [57, 58], est alors quasi inexistant. La compréhension de cette

influence passe par l'analyse des processus de rupture intervenant dans les composites avant la rupture finale et le rôle que peut y jouer l'interface.

I.3.2. Théories de l'adhésion et types de liaison

L'aspect physico-chimique des interfaces composites est un sujet difficile et notre compréhension de cette caractéristique est encore loin d'être complète. La nature ou l'origine de la liaison entre la fibre et la matrice est discutée en termes de théorie de l'adhésion avec les mécanismes de liaison associés. La nature de la liaison ne dépend pas seulement de l'arrangement atomique, de la conformation moléculaire et de la constitution chimique de la fibre et de la matrice, mais aussi des propriétés morphologiques de la fibre et de la diffusivité des éléments dans chaque constituant. Il en résulte donc que l'interface est spécifique à chaque système fibre-matrice [59]. Une bonne caractérisation des interfaces composites que ce soit pour les propriétés chimiques, physiques ou mécaniques, est extrêmement difficile car la plupart des interfaces qui nous intéressent sont enfouies à l'intérieur du matériau. En outre, la nature microscopique et souvent nanoscopique des interfaces dans la plupart des composites à fibres avancées utiles exige que les techniques de caractérisation et de mesure soient d'un grossissement et d'une résolution ultra-élevés pour des solutions sensibles et précises. En outre, les expériences doivent être réalisées dans un environnement bien contrôlé, dans des conditions d'essai sophistiquées (par exemple, dans une chambre à vide poussé). De nombreuses difficultés sont souvent rencontrées dans les analyses physico-chimiques des surfaces.

L'adhésion en général peut être attribuée à des mécanismes comprenant, mais sans s'y limiter, l'adsorption et le mouillage, l'attraction électrostatique, la liaison chimique, la liaison de réaction et la liaison de réaction d'échange [22], qui sont schématiquement représentés sur la figure I.8 et discutés dans les sections suivantes. Outre les principaux mécanismes, la liaison hydrogène, les forces de van der Waals et d'autres forces de faible énergie peuvent également être impliquées. Tous ces mécanismes ont lieu dans la région de l'interface, soit isolément, soit, très probablement, en combinaison pour produire la liaison finale. Des études sur ces mécanismes majeurs peuvent être trouvées dans de nombreuses références, notamment [23, 60-65] pour les composites à matrice polymère, Metcalfe (1974) [14] pour les composites à matrice métallique (MMC) et Naslain (1993) [66] pour les composites à matrice céramique (CMC). En outre, les mécanismes et la modélisation mécanique des interfaces dans les composites à base de ciment ont fait l'objet d'une grande attention [67, 68].

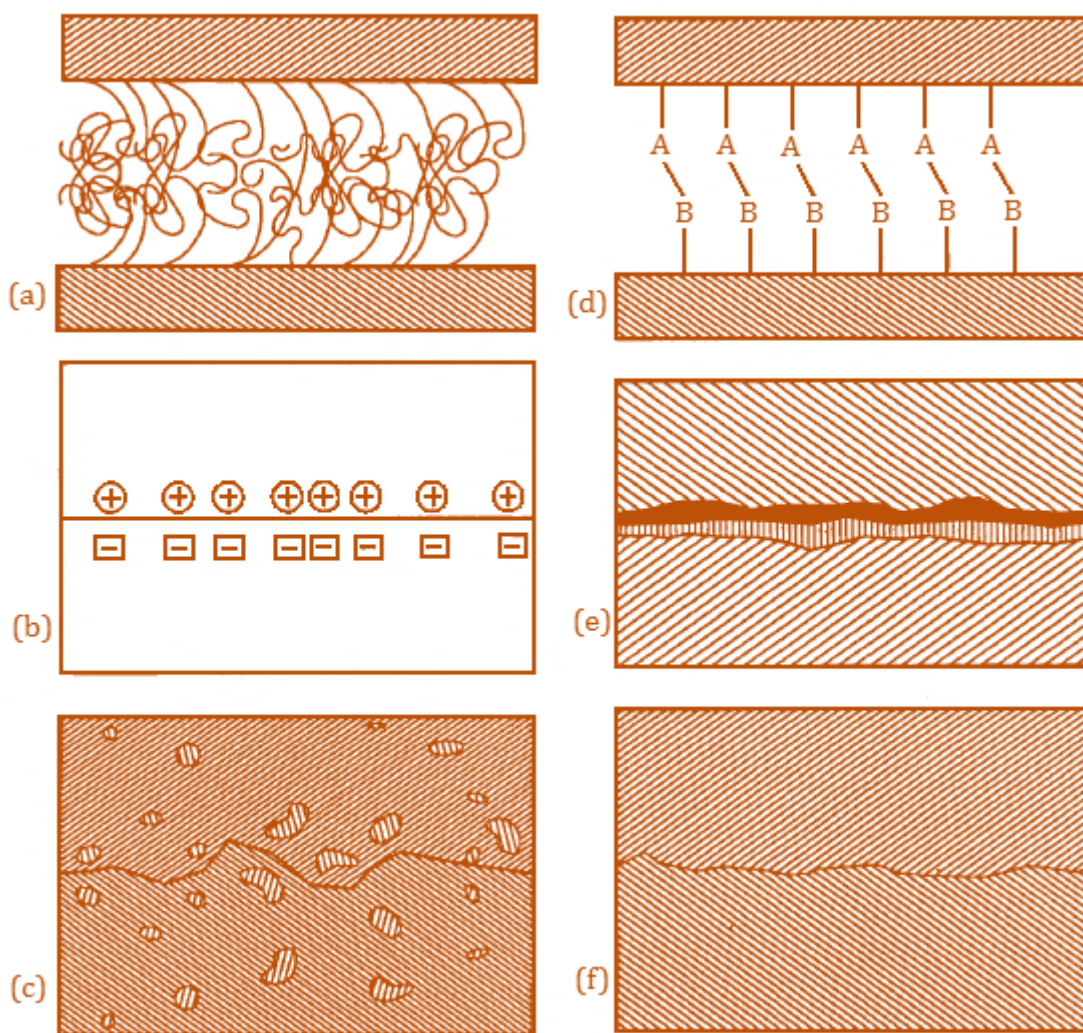


Figure I.10 : Liaisons d'interface formées (a) par enchevêtrement moléculaire ; (b) par attraction électrostatique ; (c) par interdiffusion des éléments ; (d) par réaction chimique entre les groupes A sur une surface et les groupes B sur l'autre surface ; (e) par réaction chimique après formation d'un ou plusieurs nouveaux composés, en particulier dans les CMMs ; (f) par emboîtement mécanique [23].

I.3.2.1. Adsorption et mouillage

Un bon mouillage des fibres par le matériau de la matrice pendant les étapes d'imprégnation de fabrication est une condition préalable à une bonne consolidation des composites, en particulier pour les composites à base de résines polymères et de métaux fondus. Il est bien connu que l'adsorption physique des molécules de gaz sur les surfaces solides est attribuée à l'attraction résultant de l'effet mécanique quantique dû aux électrons de valence présents dans les constituants sous forme de gaz libre. L'attraction physique entre des corps électriquement neutres est mieux décrite par le mouillage des surfaces solides par les liquides. La liaison due au mouillage implique des interactions d'électrons à très courte portée à l'échelle

atomique qui ne se développent que lorsque les atomes des constituants se rapprochent à l'intérieur de quelques diamètres atomiques ou sont en contact les uns avec les autres.

La détermination des caractéristiques thermodynamiques des surfaces des fibres est importante car elles jouent un rôle important dans le processus d'adhésion. Un mouillage correct des fibres par les résines matricielles est une condition nécessaire mais non suffisante pour une bonne qualité d'interface [69]. L'amélioration du mouillage augmente l'énergie d'adhérence réversible et réduit le nombre de défauts dans la zone d'interface.

De nombreuses études ont examiné la relation entre la force de l'interface fibre / matrice, mesurée à l'aide de tests de micro-mécanique, et l'énergie d'adhérence réversible. Cette énergie est mesurée par des études de mouillage [9, 70–72], ou par chromatographie en phase gazeuse inverse [73–78].

Le travail d'adhésion W_A , est un concept introduit pour la première fois par Harkins [79]. Dans un système simple dans lequel un liquide (L) adhère à un solide (S), le travail d'adhésion réversible est défini par l'équation I.5 :

$$W_A = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (I.5)$$

W_A représente une liaison physique résultant de forces de dispersion intermoléculaire très localisées. Il est égal à la somme des énergies libres de surface du liquide, γ_1 , et du solide, γ_2 , moins l'énergie libre interfaciale, γ_{12} . Il s'ensuit que l'équation I.5 peut être liée à un modèle de goutte de liquide sur un solide montré à la figure I.11. La résolution des forces dans la direction horizontale au point A où les trois phases sont en contact donne l'équation de Young.

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta \quad (I.6)$$

Où γ_{SV} , γ_{SL} et γ_{LV} sont les énergies libres de surface des interfaces solide-vapeur, solide-liquide et liquide-vapeur, respectivement, et θ est l'angle de contact. Les liquides qui Les angles de contact de la forme supérieurs et inférieurs à 90° sont respectivement appelés "non mouillant" et "mouillant". Si le liquide ne forme pas de gouttelette, c'est-à-dire $\theta=0^\circ$, il est appelé "étalement" et la relation donnée par l'équation I.6 devient invalide. Dans ce cas, l'équilibre est exprimé par une inégalité donnée par l'équation I.7 :

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} > \gamma_{LV} \quad (I.7)$$

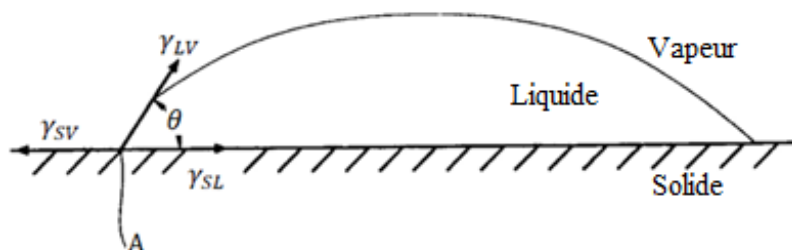


Figure I.11 : Angle de contact, θ , et énergies de surface, γ_{LV} , γ_{SL} et γ_{SV} , pour une goutte de liquide sur une surface solide.

L'énergie de surface d'un solide (c'est-à-dire le renforcement dans les composites), γ_{SV} , doit être supérieure que celle d'un liquide (c'est-à-dire une résine de matrice), γ_{LV} , pour que le mouillage soit correct. Ainsi, les fibres de verre et de carbone peuvent être facilement mouillées par des résines thermodurcissables comme les résines époxy et polyester à température ambiante, à moins que la viscosité de la résine ne soit trop élevée [64], et par certaines résines thermoplastiques (par exemple le nylon 6.6, le PET, le PMMA et le PS). En revanche, il est difficile de mouiller des fibres de polyéthylène (d'une énergie de surface d'environ 31 mJ/m^2) avec l'une de ces résines, sauf si les fibres sont traitées en surface. Pour la même raison, les fibres de carbone sont souvent revêtues de Ti-B [80] par un procédé de dépôt chimique en phase vapeur pour permettre le mouillage par une matrice d'aluminium. En combinant les équations I.5 et I.6, on obtient l'équation de Young-Dupre (équation I.8) bien connue :

$$W_A = \gamma_{LV}(1 + \cos \theta) \quad (\text{I.8})$$

Les valeurs de W_A reflètent directement l'importance de l'énergie entre les phases liquide et solide, c'est-à-dire que plus le travail d'adhésion est élevé, plus les interactions sont fortes. Le W_A peut être déterminé dans le cadre d'expériences en mesurant l'énergie de surface du liquide, γ_{LV} , et l'angle de contact, θ .

Bien que la discussion sur la mouillabilité présentée ci-dessus se soit concentrée sur la thermodynamique entre la surface des fibres et la résine liquide, les systèmes composites réels sont constitués d'un nombre extrêmement important de fibres de petit diamètre noyées dans une matrice. Outre la question du mouillage adéquat des surfaces des fibres par la résine, l'une des clés de la création d'une bonne adhérence à l'interface fibre-matrice est l'infiltration de la résine dans le câble de fibres au cours du processus de fabrication.

La relation entre l'énergie réversible de l'adhésion et la résistance au cisaillement de l'interface fibre/matrice a été étudiée par plusieurs auteurs [75, 76, 81, 82] qui montrent qu'une augmentation du travail d'adhésion se traduit par une augmentation de la résistance au cisaillement.

Nardin et Schultz [75] ont proposé un concept de pression d'adhésion pour les matériaux composites. Après avoir examiné un grand nombre de combinaisons polymère/fibre, ils ont suggéré que l'énergie réversible de l'adhésion, mesurée par chromatographie en phase gazeuse inverse, pourrait être liée à la contrainte de cisaillement interfaciale mesurée par des tests de fragmentation, par l'expression linéaire (équation I.9) :

$$\tau = \left(\frac{E_m}{E_f} \right)^{1/2} \frac{W_A}{\delta} \quad (\text{I.9})$$

avec le module Young de la matrice E_m , le module Young des fibres E_f , l'énergie d'adhésion réversible W_A , δ est une distance indépendante du système étudié et égale à environ 0,5 nm. Elle correspond à la distance intermoléculaire, à l'équilibre, entre les centres des molécules impliquées dans les interactions telles que les liaisons de Van der Waals.

Dans cette approche, le transfert de charge entre la fibre et la matrice est considéré comme parfaitement linéaire et élastique.

Pisanova et Mäder [49] ont étudié les liaisons entre différentes résines matrices et fibres de verre, traitées et non traitées. Le traitement des fibres avec des agents de couplage a permis d'améliorer l'adhésion fibre/matrice, qui était bien corrélée à l'énergie d'adhésion réversible.

I.3.2.2. Interdiffusion

Une liaison entre deux surfaces peut être formée par l'interdiffusion d'atomes ou de molécules à travers l'interface. Une caractéristique fondamentale du mécanisme d'interdiffusion est qu'il doit exister un équilibre thermodynamique entre les deux constituants. La force de liaison dans les composites à matrice polymère dépendra de la quantité d'enchevêtrement moléculaire, du nombre de molécules impliquées et de la force de la liaison entre les molécules. L'interdiffusion peut être favorisée par la présence de solvants et la quantité de diffusion dépendra de la conformation moléculaire, des constituants impliqués et de la facilité de mouvement des molécules. Par exemple, la liaison entre les fibres de verre et les résines polymères par des agents de couplage au silane par un processus autre que la liaison chimique

peut être expliquée par l'interdiffusion et la formation d'un réseau d'interpénétration (IPN) dans la région de l'interface [60, 83, 84], comme l'illustre la figure I.12. Une fine couche de matrice époxy révélée sur la surface de rupture de la fibre de carbone à l'aide d'un microscope Auger à balayage [85] est une preuve concrète d'interdiffusion.

La région d'interface ainsi formée a une épaisseur importante, et ses propriétés chimiques, physiques et mécaniques sont différentes de celles de la fibre en vrac et de la matrice (c'est-à-dire l'interphase par opposition à l'interface d'épaisseur zéro). L'interphase s'avère être beaucoup plus souple que le matériau de la matrice en vrac dans les composites à matrice polymère [54, 86]. Par exemple, le module moyen de l'interphase d'une épaisseur d'environ 500 nm formée entre une seule fibre de carbone et la matrice époxy est environ un quart de celui de la matrice de masse. Cependant, la présence d'une fibre rigide atténue l'effet d'une interphase molle, augmentant le module effectif de l'interphase au-delà de celui de la matrice de masse à proximité de la fibre [54, 86-88].

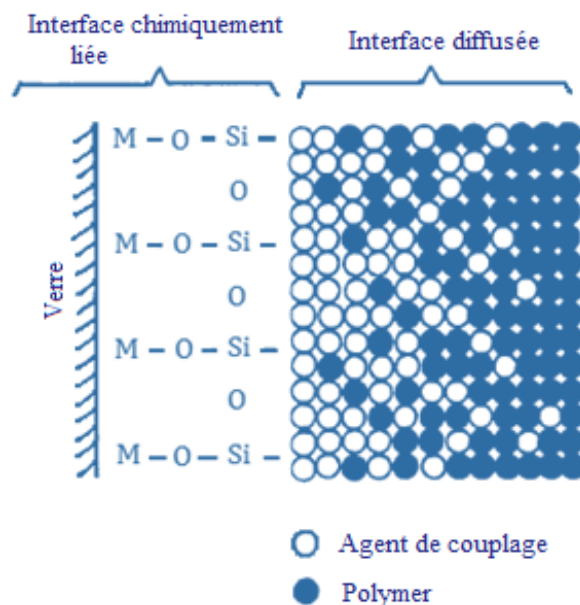


Figure I.12 : Un modèle schématique d'interdiffusion et de NPI dans un composite à matrice polymère-fibre de verre traité au silane [23].

Dans les MMCs (Metal Matrix Composites), l'interdiffusion joue également un rôle important en favorisant la réaction entre les éléments de chaque constituant au niveau de la région d'interface. Le type particulier d'interdiffusion qui a lieu en conjonction avec la réaction chimique dans les MMCs est appelé réaction d'échange. Cependant, l'interdiffusion dans les MMCs n'est pas toujours bénéfique car des composés indésirables se forment souvent, en particulier lorsque les films d'oxyde présents sur les fibres sont complètement rompus à des

températures et des pressions extrêmement élevées dans un processus à l'état solide [14]. Pour prévenir ou au moins réduire l'interaction, il est nécessaire d'appliquer une barrière de diffusion efficace sous la forme d'un revêtement sur la fibre, ou d'éléments d'alliage dans la matrice. Le choix d'une barrière de diffusion appropriée repose sur une connaissance détaillée de la nature de l'interaction qui se produit dans la région de l'interface, qui est spécifique à chaque système fibre-matrice.

I.3.2.3. Attraction électrostatique

Une différence de charge électrostatique entre les composants à l'interface peut contribuer à la force d'attraction de la liaison. La force de l'interface dépendra de la densité de charge. Bien qu'il soit peu probable que cette attraction contribue de manière importante à la force de liaison finale de l'interface, elle pourrait être importante lorsque la surface de la fibre est traitée avec un agent de couplage. Ce type de liaison expliquera pourquoi les finitions au silane sont particulièrement efficaces pour certains renforts acides ou neutres comme le verre, la silice et l'alumine, mais sont moins efficaces avec les surfaces alcalines comme le magnésium, l'amiante et le carbonate de calcium [60].

I.3.2.4. Liaison chimique

La liaison chimique est la plus ancienne et la plus connue de toutes les théories sur la liaison. Les mécanismes d'adsorption physique dépendent des forces de van der Waals ou de l'interaction à base d'acide, tandis que le mécanisme de liaison chimique est basé sur la liaison primaire à l'interface. Une réaction chimique à l'interface est particulièrement intéressante dans l'étude des composites à matrice polymère car elle offre une explication majeure de l'utilisation des agents de couplage au silane sur les fibres de verre incorporées dans des matrices thermoplastiques therm durcies et amorphes. Les traitements oxydatifs de surface des fibres de carbone sont connus depuis de nombreuses années pour favoriser la liaison chimique avec de nombreuses résines polymères différentes. Buxton et Baillie, 1995 [89] ont montré que l'adhésion est un processus en deux parties : la première partie est l'élimination d'une faible couche de structure de type graphitique de la surface de la fibre, en particulier à des niveaux de traitement faibles ; et la seconde partie est la liaison chimique aux sites acides. Cependant, des travaux supplémentaires sont encore nécessaires pour vérifier cette hypothèse.

Dans ce mécanisme d'adhésion, une liaison est formée entre un groupe chimique à la surface de la fibre et un autre groupe chimique compatible dans la matrice, dont la formation résulte des réactions chimiques habituelles activées thermiquement. Par exemple, un groupe

silane dans une solution aqueuse d'un agent de couplage silane réagit avec un groupe hydroxyle de la surface de la fibre de verre, tandis qu'un groupe comme le vinyle à l'autre extrémité réagira avec le groupe époxyde dans la matrice. Les compositions chimiques de la fibre en vrac et de la surface pour plusieurs systèmes de fibres largement utilisés. Il est intéressant de noter qu'à l'exception des fibres de verre, la composition chimique de la surface ne ressemble pas à celle de la fibre en vrac, et l'oxygène est commun à toutes les surfaces des fibres.

I.3.2.5. Liaison par réaction

À l'exception des composites à matrice polymère, la réaction chimique entre les éléments des constituants se déroule de différentes manières. La réaction se produit pour former un ou plusieurs nouveaux composés dans la région d'interface dans les MMCs (composites à matrice métallique), en particulier ceux fabriqués par un processus d'infiltration de métal en fusion. La réaction implique le transfert d'atomes de l'un ou des deux constituants vers le site de réaction près de l'interface et ces processus de transfert sont contrôlés par diffusion. En fonction des constituants du composite, les atomes de la surface de la fibre diffusent à travers le site de réaction (par exemple, dans le système fibre de bore-matrice de titane, cela provoque une contraction importante du volume en raison de la formation de vides au centre de la fibre ou à l'interface fibre-composé [90], ou les atomes de la matrice diffusent à travers le produit de la réaction. La réaction continue pour former un nouveau composé dans la région de l'interface est généralement nuisible aux propriétés mécaniques des composites.

Les cas particuliers de liaison par réaction comprennent la liaison par réaction d'échange et la liaison par oxyde. La liaison par réaction d'échange se produit lorsqu'un deuxième élément des constituants commence à échanger des sites de réseau avec les éléments du produit de la réaction en équilibre thermodynamique [91]. Un bon exemple de réaction d'échange est celle qui a lieu entre un alliage de titane et d'aluminium et des fibres de bore. Le composé de borure est initialement formé dans la région de l'interface à un stade précoce du processus composé des deux éléments. Il s'ensuit une réaction d'échange entre le titane dans la matrice et l'aluminium dans le borure. La réaction d'échange entraîne une perte de titane dans la composition de la matrice adjacente au composé, qui est maintenant incorporée dans le composé. Cela finit par ralentir la vitesse globale de la réaction.

La liaison d'oxyde se produit entre les films d'oxyde présents dans les surfaces correspondantes de la fibre et de la matrice. La liaison réactionnelle contribue largement à la force de liaison finale de l'interface pour certaines MMCs, en fonction de la combinaison fibre-matrice (qui

détermine la diffusivité des éléments d'un constituant à l'autre) et des conditions de traitement (en particulier la température et le temps d'exposition).

En général, dans la plupart des CsMC (composites à matrice céramique), la réaction chimique entre la fibre (ou les trichites) et la matrice ne se produit pratiquement pas. Cependant, un film amorphe extrêmement fin peut se former, provenant de l'oxyde présent à la surface de la fibre, en raison de la réaction limitée entre la fibre et la matrice, par exemple entre les whiskers d'alumine et la matrice de zircone [92], ou résultant de la décomposition des fibres de SiC métastables dans la matrice de SiC [66]. Le composé réactionnel ainsi formé a normalement une faible énergie de rupture et est mou par rapport à la fibre ou à la matrice. Il agit comme une couche souple pour la relaxation des contraintes thermiques résiduelles et favorise la fission longitudinale sur la longueur de la fibre.

I.3.2.6. Liaison mécanique

Les liaisons mécaniques impliquent uniquement un verrouillage mécanique à la surface de la fibre. L'ancrage mécanique favorisé par les traitements d'oxydation de surface, qui produisent un grand nombre de piqûres, d'ondulations et d'une grande surface spécifique de la fibre de carbone, est connu pour être un mécanisme important de liaison dans les composites à matrice fibre de carbone-polymère. Il est peu probable que la résistance de ce type d'interface soit très élevée en tension transversale à moins qu'il n'y ait un grand nombre d'angles rentrants à la surface de la fibre, mais la résistance au cisaillement longitudinal peut être importante selon le degré de rugosité.

Outre les aspects géométriques simples de la liaison mécanique, il existe de nombreux types de contraintes internes présentes dans les matériaux composites qui résultent du retrait du matériau de la matrice et de l'expansion thermique différentielle entre la fibre et la matrice lors du refroidissement à partir de la température de traitement. Parmi ces contraintes, la contrainte de serrage résiduelle agissant normalement dans le sens de la fibre confère un avantage synergique au-dessus de l'ancrage mécanique. Ces mécanismes assurent une liaison majeure à l'interface de nombreux CMC (composites à matrice céramique) et jouent un rôle décisif dans le contrôle de leur résistance à la rupture et de leur comportement en courbe R.

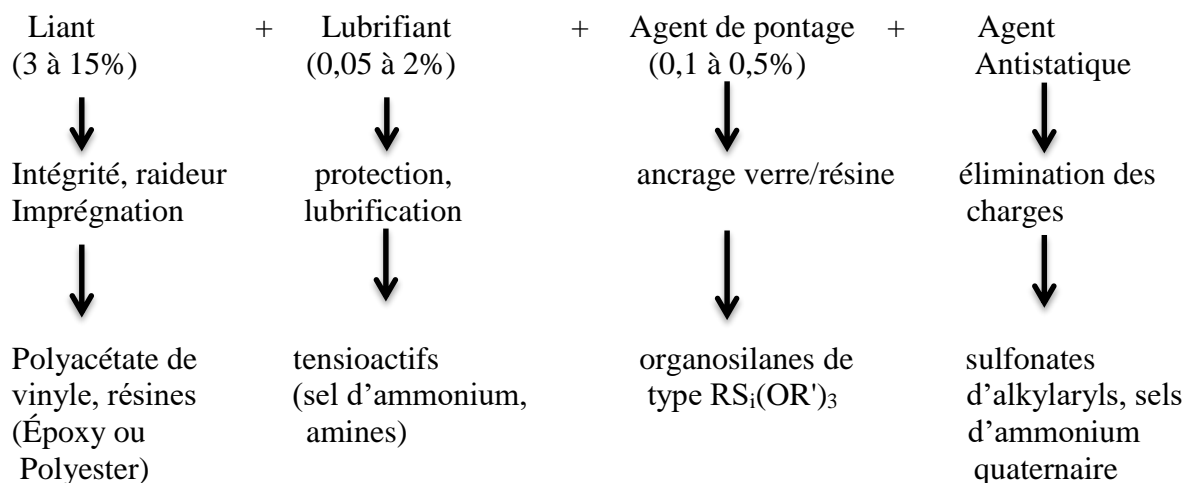
La prochaine partie de cette étude est consacrée aux composites à base de matrice organique renforcée par des fibres. Ainsi, tous les modèles présentés par la suite se réfèrent à la fibre et à la résine thermodurcissable.

I.4. Notion d'ensimage

La phase d'ensimage est une opération qui consiste à déposer en sortie de filière, sur les fils de base, une dispersion aqueuse de composés chimiques dans le but d'assurer [93] :

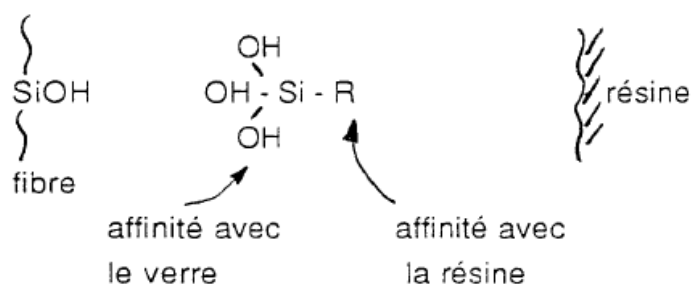
- cohésion entre filaments ;
- protection contre l'abrasion ;
- raideur ;
- liaison verre/ résine ;
- imprégnation par la résine à la mise en œuvre ;
- élimination des charges électrostatiques.

Le type d'ensimage est fonction à la fois du procédé de transformation et de la nature chimique des résines. En pratique, c'est un ensemble relativement complexe, essentiellement constitué des éléments suivants, chacun ayant une fonction bien spécifique et une nature chimique particulière :



Les agents de pontage (ou de couplage) restent les éléments essentiels déterminant la qualité de l'adhésion fibre/matrice. Leur mécanisme réactionnel comporte deux phases :

- hydrolyse du silane en silanol avant ensimage ;
- réaction avec le verre et avec la matrice :



La nature du radical R est fonction du type de résine : Par exemple, des silanes amines sont retenus pour des résines époxydes et phénoliques, des silanes acryliques ou vinyliques pour des résines polyesters insaturés.

De nombreuses hypothèses ont été formulées concernant le mécanisme réactionnel des silanes [94, 95]. La théorie généralement retenue est celle dite de la « liaison chimique » ou du « couplage ». Elle admet que l'agent de pontage silane de type RSi(OR')_3 se lie à la matrice polymère par réaction du groupe organo-fonctionnel R avec les molécules de la résine lors de la cuisson et au verre par interaction des groupes alkoxyOR' et des silanes superficiels des fibres. La liaison fibre/matrice se fait ainsi par l'intermédiaire de liaisons covalentes, l'agent de pontage étant l'élément permettant la formation de cette chaîne de liaisons primaires. Un tel mécanisme réactionnel engendre, en théorie, la liaison interfaciale la plus forte. Cette théorie n'est malheureusement pas toujours en accord avec les faits : Elle n'explique pas, notamment, pourquoi certains silanes améliorent efficacement l'adhésion fibre/matrice, alors que leurs groupes organofonctionnels sont incapables de réagir avec la résine. Par ailleurs, la nature de la liaison verre/ensimage silane est sujette à controverse. Certains s'accordent en effet à penser qu'à côté des incontestables liaisons covalentes, les liaisons de type hydrogène entre les silanols des agents de pontage et la surface du verre constituent le mode de réaction prédominant.

On rappellera enfin la complexité de la composition des ensimages à base d'agent de couplage silane, faisant intervenir des composants (lubrifiants, agents antistatiques, liants, ...) compatibles et susceptibles de réagir entre eux ou avec la matrice. La distribution induite à l'interface et les mécanismes réactionnels de ces composants restent encore méconnus à ce jour, les formulations des ensimages résultant souvent d'une démarche empirique. Néanmoins, il apparaît que les produits présents dans les ensimages en tant qu'aides à la mise en œuvre peuvent modifier les propriétés de la zone interfaciale de manière analogue ou opposée à celle de l'agent de couplage silane [96]. On retiendra, par exemple, la contradiction existant entre les rôles inverses du lubrifiant et de l'agent de pontage, ou encore le rôle obscur du liant (système polymérique) dont la fonction d'agent collant se double souvent de celle d'agent modifiant susceptible de conférer au matériau certaines propriétés particulières (tenue au choc, à la fatigue,...).

I.5. Processus de rupture dans un composite rôle de l'interface

L'interface est l'élément qui conditionne le degré de synergie de l'association fibre/matrice [97], elle va permettre d'assurer le rôle de transfert de charge [98]. Son rôle est

déterminant lors de la propagation de fissures dans le composites puisque, alors, l'un des constituants ne supporte plus sa part de la sollicitation appliquée, celle-ci étant transmise au reste du matériau à travers l'interface [99-101]. Considérant en premier lieu l'effet d'une rupture de fibre (figure I.13), la contrainte normale locale au niveau de la rupture est nulle, la contrainte de cisaillement au niveau de l'interface fibre/matrice est maximale, à une distance $x = \delta_f$ le rechargement de la fibre est totale par contre la contrainte de cisaillement τ devient égale à zéro.

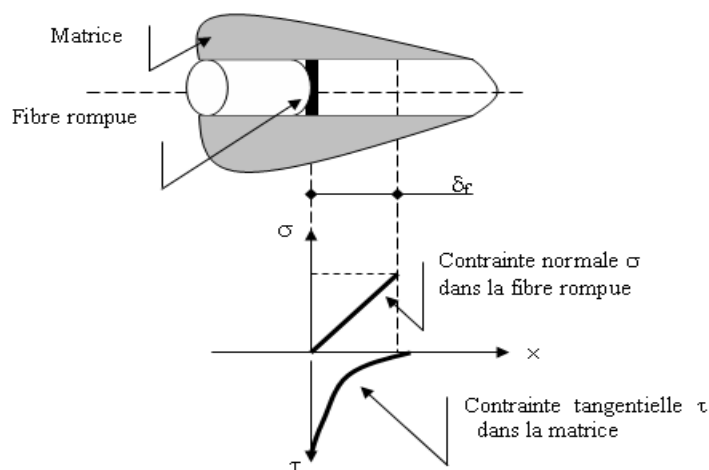


Figure I.13 : Mécanisme de transfert de charge par cisaillement de la matrice [102].

En considérant le processus de rupture suite à une fissure initiée par une rupture de fibre dans un composite unidirectionnel. Dans le cas d'une interface forte, la rupture d'une fibre peut entraîner la création d'un faciès de rupture de type fragile, la rupture à toutes les chances d'être brutale. Par contre dans le cas d'une interface faible, la rupture de la fibre provoque une fissuration interfaciale (plus au moins étendue suivant la qualité de l'interface). Si l'interface est suffisamment résistante [103], ce phénomène peut suffire à dissiper l'énergie élastique libérée par la rupture de la fibre et à répartir les contraintes sur une zone suffisamment grande pour que le processus de fissuration soit localement stoppé ; si l'interface est trop faible, le décollement interfacial présente une étendue. Telle que la fibre rompue ne participe plus du tout à la résistance du composite, ce cas est moins favorable que le précédent car la surcharge subie par le reste du composite est plus importante (mais moins localisée) [17, 23, 36, 49, 104-106]. La figure I.14, est une représentation des processus de rupture probables suite à une rupture de fibre dans un composite unidirectionnel en fonction de la qualité de l'interface fibre/matrice. Le cas (a) présente une interface faible : possibilité de décohésion interfaciale. Ce mode de rupture est recherché pour des structures en service. Le cas (b) présente un matériau avec une

interface forte : la fissure ne peut pas être projetée au niveau de l'interface, la cinétique de la rupture sera étalée à toutes les fibres, donnant une rupture de type fragile [107].

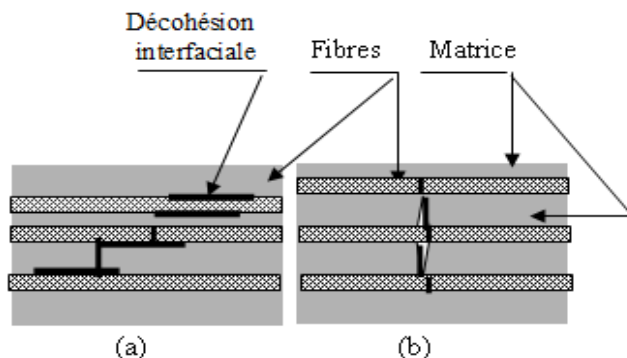


Figure I.14 : Processus de rupture intervenant suite à une rupture de fibre dans un composite unidirectionnel [107].

I.6. Moyens d'étude

L'interface est parfois une phase en soi (i.e. interphase), qu'elle se forme lors de la mise en œuvre du matériau, qu'il est difficile de lui attribuer un ensemble de propriétés mécaniques, et que les problèmes d'influence sur le comportement des composites sont relativement complexes à traiter.

L'étude de l'interface/interphase implique l'emploi de techniques aptes à délivrer des informations sur les liens qui la relie, dans le composite, à la fibre et la matrice. Plusieurs niveaux d'étude peuvent être distingués : les approches que l'on peut qualifier d'indirectes, constituées par l'essai mécaniques macroscopiques [2, 17, 36, 108-116,...], sur composites industriels, et les approches plus directes parmi lesquelles on trouve les essais de type physico-chimique [117-122...] ainsi que les essais « adh hoc » que sont les tests micromécaniques [9, 36, 47, 48, 69, 123-132...]. Il n'est bien sûr pas question de donner ici une liste exhaustive de l'ensemble des techniques d'analyse. Nous allons simplement évoquer celles qui nous paraissent les plus significatives.

I.6.1. Essais mécaniques sur composites

Les essais mécaniques servent très souvent d'indicateurs de la qualité des interfaces dans les composites. Ils constituent néanmoins des méthodes indirectes car ils prennent en compte plusieurs paramètres, dont celui lié à l'interface n'est pas forcément le plus important. Ils ne peuvent conduire qu'à une évaluation qualitative entre matériaux de même nature, pour lesquels les processus de rupture mettent en jeu l'interface de la même manière [113-115, 133]. L'obtention d'un paramètre intrinsèque à l'interface demande une connaissance très précise des

contributions respectives de la fibre et de la matrice dont les effets sont en général prépondérants, mais aussi des effets (donc de la nature) des défauts existant dans le matériau. Prenons le cas des essais de cisaillement, qui donnent accès à la résistance interlaminaire en cisaillement (ILSS) du composite ; plusieurs auteurs ont montré que cette valeur est très souvent considérée comme représentative et très sensible à la qualité de la zone interfaciale [131-137], et l'interface fibre/matrice jouer un rôle dans le contrôle de la ténacité à la rupture interlaminaire. Ceci est vrai, mais les essais de cisaillement caractérisent aussi les interfaces générées par le procédé de mise en œuvre du matériau, en particulier les interfaces interplis; une comparaison entre divers matériaux, en terme d'interface fibre/matrice, n'est possible que pour des composites dont les défauts sont équivalents et ne masquent pas l'influence de ce type d'interface : la rupture dans ce type d'essai, est très dépendante de la nocivité des défauts (porosité, désalignement de fibres,...), et il suffit qu'il existe un défaut de mise en œuvre critique dans le matériau pour que son ILSS soit limitée, même s'il présente une très bonne résistance interfaciale. La valeur d'ILSS est surtout conditionnée par le point faible du matériau.

Les essais mécaniques qui paraissent les plus adaptés à la mise en évidence de l'effet de l'interface sont les essais sollicitant préférentiellement la matrice, les essais transverse, de traction hors axe, flexion par fatigue pour caractériser l'interface fibre/matrice, l'essai de flexion hors axe pour l'étude de l'interface intra-plis ou inter mèches, les essais de ténacité et surtout les essais de cisaillement (Iosipescu, à appuis rapprochés, cube test, interlaminaire (ISD),...).

Les essais de flexion suivant l'axe des fibres permettent également, de par la courbure et l'état de contraintes imposé à l'échantillon, de solliciter matrice et interfaces dans une plus grande mesure que par exemple les essais de traction longitudinale. Le cas des essais compression est à mettre à part, car bien qu'ils soient sensibles à l'influence de l'interface [21, 57], la complexité des phénomènes mis en jeu rend leur interprétation particulièrement délicate.

I.6.2. Techniques physico-chimiques

La constatation du caractère tridimensionnel de la zone interfaciale a conduit les chercheurs à tenter de "voir" l'interface [138]. Les techniques physico-chimiques permettent la caractérisation de la nature et la structure de l'interphase. C'est vraisemblablement le groupe de techniques qui remplit le mieux sa fonction dans l'étude de l'interface. Pouvant être appliquées à des échantillons de taille microscopique, elles prennent en compte presque exclusivement les zones interfaciales, d'où leur efficacité. Parmi les méthodes les plus significatives, on peut différencier les méthodes à caractère descriptif [113-115, 139].

Les méthodes descriptives s'attachent plus à la connaissance de la réparation ou de la localisation de l'interphase dans le matériau. En ce sens, on peut regrouper les études de mouillabilité, qui permettent d'évaluer l'intimité possible du contact fibre/interphase, les mesures d'aire superficielle (par adsorption de gaz) qui donnent une idée de la microrugosité des fibres ainsi que les techniques d'imagerie plus puissantes, comme la microscopie électronique à balayage (MEB) et en transmission (TEM) qui permettent, par exemple, la détermination des épaisseurs d'interphase (quand celle-ci est bien différenciée de la matrice) d'observer le contact entre phases à l'échelle atomique [140], la visualisation de porosités, de séparations de phases éventuelles... la MET a permis des études très poussées sur la structure interne et de surface des fibres de carbone ; la MEB, dont la résolution est moins importante, trouve, quant à elle, des applications très fructueuses en analyse fractographique (analyse des faciès de rupture), permettant la détermination des modes de rupture d'échantillons composites soumis à des sollicitations mécanique [43, 141].

Ces méthodes d'analyses fournissent des informations sur la composition (nature des espèces chimiques) ou la structure chimique (nature des liaisons) de l'interphase ; on peut étudier soit les spectres associés aux fréquences de vibration des différents groupes d'atomes présents dans le matériau, comme le spectre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), spectrométrie Raman, soit les spectres d'énergie des particules (ou les rayonnements) émises par le matériau sous l'effet d'un bombardement ionique, électronique... : spectroscopie d'Electrons Auger (AES), spectroscopie électronique pour l'analyse chimique (XPS ou ESCA), et le spectrométrie de masse à émission secondaire (SIMS) ... Les méthodes, utilisant la spectroscopie à caractériser la composition chimique de l'interface, ont été examinés dans certains articles [23, 117, 142, 143]. Ces méthodes permettent de réaliser une analyse chimique de couches superficielles d'épaisseur quelques nanomètres. Elles sont applicables à l'analyse d'ensimages sur fibres nues, éventuellement sur fibres déchaussées, d'en identifier les groupements fonctionnels (et de les quantifier) ou encore de tracer des profils de concentration d'une espèce donnée. Bien que ces méthodes sont largement appliquées, mais trouvent néanmoins leurs limites [23, 144] pour l'analyse "in situ" de composites réels.

I.6.3. Essais micromécanique

Les essais micromécaniques [145, 146], à la différence de l'ensemble des essais précédents, sont des essais qui ont été spécialement conçus pour déterminer les caractéristiques des interfaces fibre/matrice, plus exactement leur résistance ou leur ténacité, et d'établir les traits fondamentaux du transfert de charge et de la rupture interfaciale. Ces essais sont dans leur

majorité sur composites modèles (monofilamentaires), c'est-à-dire sur des échantillons dont la géométrie est en général propre à chaque test, et qui ne contiennent qu'une seule fibre, entourée de résine. Mais il est à noter que ceux-ci sont généralement difficiles à effectuer et limitée à un petit nombre de laboratoires de recherche spécialisés. Les tests principaux comprennent microindentation, la fragmentation, le déchaussement (plus connu sous le terme de pull-out), dont une forme dérivée est le test dit « de la goutte » ; et la compression sur diabolos (haltères ou parallélépipèdes) [1, 136] (figure I.15).

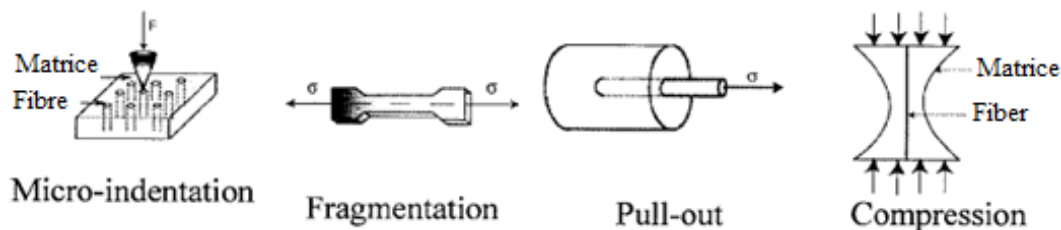


Figure I.15 : Exemples des essais micromécanique utilisé pour caractériser l'interface fibre/matrice.

Le test de microindentation, suggéré par MANDELL [6], permet une mesure de la force de décohésion in situ sur composites réels. Cette méthode est actuellement dotée d'un processus de prise de mesure et d'acquisition de données totalement automatisé [147]. Elle nécessite le polissage d'échantillons de composites présentant des fibres perpendiculaires à la surface, et consiste à appuyer à l'aide d'un indenteur sur l'extrémité d'une fibre jusqu'à décohésion de celle-ci. Ce test présente l'originalité de pouvoir être appliqué à des composites réels ce qui d'une part, évite la fabrication souvent délicate de composite modèle et, d'autre part, garantit la représentativité de l'interface testée ; dans les composites modèles (monofilamentaires), l'interface obtenue peut en effet différer de celle des composites réels à cause des conditions de mise en œuvre et de l'absence des fibres environnantes. Les avantages de la technique de l'indentation résultent des faits suivants :

- elle peut être appliquée en utilisant une face polie d'un composite unidirectionnel standard,
- elle ne dépend pas des propriétés de rupture de la fibre car celle-ci est testée en compression

Deux types d'échantillons peuvent être utilisés : il s'agit d'échantillons épais généralement faciles à réaliser, mais la fibre est comprimée pendant le test ce qui demande des efforts importants par rapport à la force nécessaire de glissement. De plus, la détermination de la longueur de la partie décollée de la fibre est difficile à définir et par conséquent les calculs des contraintes interfaciales nécessitent des hypothèses supplémentaires. Par contre, les échantillons minces permettent une détermination aisée des paramètres de l'interface, néanmoins la préparation des éprouvettes contenant des fibres de faibles diamètres reste l'étape

la plus délicate à réaliser. Avec les échantillons minces l'essai est nommé "push-out" ou "push-down" [148].

L'essai de fragmentation [149-151], c'est le test micromécanique le plus répandu, mis au point par KELLY & TYSON [32], ont été appliqués par FRASER et al. [152, 153] aux composites à matrice organique. Cette méthode consiste à soumettre une éprouvette monofilamentaire à un essai de traction le long de l'axe de la fibre. L'application de l'effort d'une manière continue engendre la rupture de la fibre en plusieurs endroits. Le processus de fragmentation se poursuit tout au long de l'essai jusqu'à ce que la longueur des fragments atteigne une certaine longueur critique (L_c) ne permettant plus au transfert de charge par cisaillement de générer des contraintes de traction égales à la résistance de la fibre. Cette technique, relativement simple à mettre en œuvre, présente néanmoins l'inconvénient de ne pouvoir être utilisée qu'avec des matrices fortement déformables, ce qui est rarement le cas des résines commerciales [154]. Dans le cas de systèmes verre/époxy des problèmes de fissuration de la matrice et d'absence de décohésions interfaciales ont par exemple pu être constatés [155], y compris en cas de pré-déformation de la fibre, ce qui exclut tout calcul de la capacité de transfert de charge définie par KELLY & TYSON. Ce test est efficace pour la détermination de la résistance de cisaillement de l'interface fibre/matrice surtout quand celle-ci est forte.

La méthode de pull-out reste le test le plus simple. Le plus ancien, mais aussi celui ayant fait l'objet des développements et améliorations les plus nombreux ces dernières années. Il s'agit ici d'extraire une fibre d'un bloc [156], d'un disque ou d'une gouttelette [157] de résine. Cette technique présente plusieurs avantages, dont la possibilité de prendre en compte les phénomènes de frottement consécutifs à la décohésion et de déterminer les énergies de rupture correspondantes pour les deux phases (décohésion et frottement). A contrario, ses inconvénients résident dans l'analyse plus que délicate des résultats obtenus, mais surtout dans les difficultés expérimentales de fabrication, manipulation et mise en charge des échantillons : Le taux d'échec atteint ici plus de 75% selon PIGGOTT.

La méthode de compression enfin, a été développée par MOONEY & Mc GARRY [158] puis BROUTMAN [159]. Cette méthode consiste à solliciter en compression des éprouvettes parallélépipédiques ou en forme d'haltères afin de déterminer la contrainte de compression σ_c pour laquelle un début de décohésion est détecté. Ce test sollicite à la fois les fibres et la matrice et interpose entre la surface du composite et les éléments de la machine de compression, une plaque métallique généralement en aluminium. La géométrie de l'échantillon ou la différence de coefficients de Poissons entre fibre et matrice et leurs rigidités, engendrent des contraintes

de cisaillement ou de traction à l'interface. La décohésion aux interfaces est détectée soit au niveau de l'étranglement [160] soit au niveau des extrémités de la fibre et se propage sur une longueur critique L_c à vitesse constante qui croit ensuite brusquement et s'amorce pendant le chargement. Si les fibres sont plus rigides que la matrice, la déformation de cette dernière est plus grande pendant le déplacement imposé de la traverse. Les fibres débordent de la matrice et laissent des empreintes sur la plaque métallique supposée parfaitement plastique [161]. La profondeur de ces empreintes correspond au déplacement maximal des fibres pendant le chargement du composite, leur déplacement résiduel est mesuré directement sur le composite. La détection de la décohésion est assurée optiquement au moyen d'une lampe (dans le cas des résines transparentes) ou par émission acoustique. Cette technique est actuellement pratiquement abandonnée en raison notamment des difficultés liées à la fabrication des éprouvettes et à l'application des critères d'endommagement en raison des effets de concentration de contraintes difficilement contrôlables, et ce, en dépit de l'aide apportée par l'émission acoustique en matière de détection des décohésions. La mesure indirecte du déplacement des fibres rend ces essais difficiles à interpréter.

Il est important de noter que dans toutes les méthodes faisant appel à des composites modèles monofilamentaires (compression, pull-out, fragmentation), la fibre se trouve dans un état de contrainte totalement irréaliste, par rapport à celui régnant in situ dans un composite réel. Cet inconvénient majeur est évité dans le cas de la microindentation.

I.7. Interface Fibre / Matrice

Les performances mécaniques et la durabilité des matériaux composites sont principalement gouvernés par trois facteurs : La résistance et la rigidité des fibres ; la solidité et la stabilité chimique de la matrice et la nature de la liaison entre les fibres et la matrice. Si la littérature est riche [131, 162-164] en données générales et moyens de calcul en fonction de la nature des fibres et de la résine, de la structure d'empilement des nappes et du taux de renfort, en revanche, elle est pauvre non seulement quant à la connaissance de l'influence de l'interface fibre/matrice sur le comportement du composite, mais encore quant à sa caractérisation. L'absence de données quantitatives conduit à pondérer le résultat des coefficients dits de sécurité, voire d'ignorance, souvent très élevées avec les conséquences économiques que cela engendre. Plusieurs études effectuées pour voir l'influence de l'interface suivant différentes méthodes de caractérisation, de manière à préciser la sensibilité de chaque technique aux modifications de la zone interfaciale, à expliciter le rôle de cette dernière sur le comportement

à rupture de composites, en comparant les résultats des propriétés mécaniques des tests micromécaniques et les tests macroscopiques ;

Par exemple Keusch et al. [131, 132] pour les composites UD (verre / époxy) ont utilisé différents tests (micromécanique et macromécanique) pour comparer les traitements de surface de fibres de verre. Les composites utilisés différaient dans l'interface seulement, cela a d'importance essentielle que tous les autres paramètres sont gardés constants pour que les différences de comportement puissent seulement être attribuées aux phénomènes interfaciaux. L'adhérence fibre / matrice a été caractérisée par la détermination de la résistance au cisaillement interfaciale par essai d'arrachement (pull-out), la résistance au cisaillement interlaminaire par essai de cisaillement de compression et flexion court, et la résistance à la traction transversale sur des stratifiés UD. Les résultats ont montré que le type de dimensionnement a une grande influence sur ces propriétés et le fort effet de traitement de surface de fibres de verre et que l'utilisation d'un aminosilane comme l'agent de couplage améliorées toutes les propriétés mesurées.

Mäder et al [81] ont étudié les relations entre la surface, l'interphase et les propriétés de composites finales avec divers traitements de surface sur différents composites (verre / époxy et carbone / époxy). Les caractéristiques de surface des fibres de carbone et verre traitées ont été diversement déterminées par des mesures d'angle de contact, utilisant une technique de pénétration capillaire et des mesures potentielles zêta. Les tests micromécaniques ont été appliqués aux composites modèles pour établir les propriétés d'interphase (résistance de cisaillement interfaciale) à l'aide des tests pull-out et les propriétés mécaniques de composites avec la traction transversale et cisaillement interlaminaire.

Herrera-Franco et al. [135] pour comparer les différents traitements de surface de fibres de matériau carbone/époxy ont utilisé différents tests fragmentation, goutte et de micro-indentation pour déterminer les propriétés micromécanique et les propriétés macromécaniques ont utilisé les tests de traction $\pm 45^\circ$, Iosipescu et des essais de cisaillement courts. De la comparaison des différentes méthodes sur de fibre unique, pour déterminer la résistance au cisaillement interfacail, la technique de fragmentation semble être plus sensible aux changements de l'adhérence fibre/matrice qu'est due à l'effet de traitement de surface ou de finition, si les propriétés de composites doivent être prévues. Les résultats expérimentaux suggèrent également qu'il est possible d'établir une corrélation entre la résistance au cisaillement interfacail de la réponse acoustique d'un stratifié lorsqu'il est soumis à un chauffage localisé. Les échantillons ayant des interphases plus faibles donnent des signaux plus forts AE

que ceux avec une liaison interfaciale forte. Une analyse thermique globale est nécessaire pour caractériser complètement ce comportement de composites renforcés de fibres. Dans les différents tests disponibles sur stratifiés, le test de cisaillement Iosipescu semble être le plus approprié pour la détermination de la résistance au cisaillement interfaciale. Étant donné que la résistance au cisaillement interlaminaire déterminée par la méthode d'essai SBS suit les mêmes tendances de la résistance au cisaillement interfaciale, on peut dire que cette technique est appropriée pour être utilisée comme outil de criblage pour l'évaluation de la résistance de la liaison fibre-matrice dans un stratifié. Même si les tests micromécaniques produisent une valeur de la résistance au cisaillement interfaciale très similaire aux valeurs des composites, le recours à des mesures de fibres unique doivent être évités jusqu'à ce que des recherches supplémentaires est terminée pour prédire les propriétés composites.

Kessler et al. [165] pour le matériau verre/époxy avec différents traitements de surface, ont montré que la qualité de l'interface a une forte influence sur la propagation des dégâts pendant l'impact. La matrice et l'interface déterminent l'apparition de fissures, le développement ultérieur de décollements, en utilisant des tests standards simples comme le test de flexion transversale, tension et cisaillement ou même le test de push-out fibre unique avec moins de frais de matériel. Afin d'optimiser les performances du matériel, il est important d'établir dans quelle mesure les propriétés microscopiques (mouillage, l'adhésion fibre/matrice) peuvent être corrélées avec le comportement du composite [165].

Les résultats de toutes ces études montrent que, lorsque la résistance au cisaillement de l'interface fibre / matrice est améliorée il y a une amélioration correspondante dans les propriétés de composites macroscopiques. Cependant, l'amélioration des propriétés macroscopiques est rarement directement proportionnelle à l'amélioration des propriétés microscopiques. Cela souligne la complexité de ce type d'étude, des paramètres tels que les contraintes résiduelles et le développement de zones d'interphase sont difficiles à contrôler, mais aussi montre que l'amélioration des performances est réalisable dans ces matériaux [136].

L'analyse de différentes études met en évidence que l'interface optimale n'est pas celle présentant les caractéristiques les plus élevées. De plus, chaque système fibre/matrice considéré a ses propres valeurs de propriétés interfaciales optimales, celles-ci étant liées aux propriétés de la fibre et de la matrice. Enfin, pour un système donné, il n'y a pas une interface optimale unique ; l'étude de chaque propriété du composite (par exemple : ILSS, tenue en fatigue, propriété à rupture...) peut conduire à la définition d'une interface optimale différente à chaque fois.

I.8. Conclusion

La prise en compte de l'interphase nécessite l'utilisation d'outils de prévision et de calcul adaptés, tenant compte de ses caractéristiques. Une approche possible est de considérer l'existence d'une gaine interfaciale entourant les fibres, paramétrée par ses propriétés (en général élastiques) et son épaisseur. Bien souvent, cette gaine est prise homogène et isotrope ; on a vu (§3) qu'il faudrait peut-être la considérer comme anisotrope et surtout (figure I.3) qu'elle peut se révéler non homogène et présenter un gradient de propriétés sur son épaisseur. La représentation fidèle de l'interphase est déjà un problème mathématique délicat ; certaines études s'y attachent.

Pour parvenir à maîtriser l'interface, il faut également pouvoir disposer de moyens de contrôle et de mesure de ses caractéristiques. Certaines techniques existent déjà mais la connaissance précise de l'ensemble des paramètres interfaciaux est rarement obtenue, notamment en ce qui concerne les propriétés mécaniques. Outre l'amélioration de l'outil mathématique servant à modéliser le composite, la bonne prise en compte de l'interphase requiert sans nul doute l'amélioration des méthodes d'évaluation de ses propriétés, voire de nouvelles techniques de mesure.

Le thème central de chapitre II est de proposer une revue des différents modèles analytiques développés pour étudier le comportement d'arrachement (push back) d'une fibre incorporée dans un bloc matriciel pour caractériser l'adhésion interfaciale fibre/matrice. Les modèles analytiques disponibles utilisés pour mesurer la résistance au cisaillement et l'énergie de fracture critique à l'interface sont décrits. Les paramètres influençant ces propriétés, la géométrie des modèles, la longueur d'enchâssement de la fibre, le diamètre de la fibre et les conditions de chargement (largeur d'ouverture entre les bords du couteau par exemple), y compris les composants (fibre, matrice et interface), le mode de fabrication et les défauts qui en résultent sont discutés en détail. Tous les modèles qui sont présentés dans ce travail considèrent le matériau comme une structure homogène, élastique, linéaire, que les effets radiaux sont négligeables (pas de dépendance radiale), que les contraintes et les sollicitations imposées par la fibre sous l'application de la charge F sont entièrement logées dans l'interphase, de faible épaisseur, la matrice environnante n'est pas perturbée.

Chapitre II : Caractérisation Micromécanique de l'Interface

II.1. Introduction

La nécessité de développer et de valider des modèles de comportement des interfaces fibre/matrice, exige des mesures précises des propriétés de ces interfaces. Cependant, le degré de cette précision dépend fortement du type d'informations que l'on peut extraire à partir des moyens de caractérisation dont on dispose. A mesure que ces moyens sont plus directs et simples dans la mise en œuvre en principe, plus grandes seront les chances d'obtenir des résultats fiables de la réponse de l'interface à tel ou tel type de sollicitation mécanique. Cette conséquence, par contre, ne rend pas compte des modèles analytiques, qui doivent tenir compte un certain nombre de paramètres qui décrivent le comportement de l'interface. Le nombre de paramètres augmente, bien entendu, à mesure que des observations et réflexions incitent à la prise en compte d'un nouvel effet et donc d'un nouveau paramètre. En général, ceci ne se réalise pas sans difficultés, car, ces modèles « complétés » doivent être assez puissants pour isoler ces paramètres, mettre clairement en évidence leur rôle respectif, et permettre de les identifier malgré le nombre restreint de données expérimentales. Cependant, chacun, des essais micromécaniques développés jusqu'à présent, ont gardé une part de la simplicité et des particularités qui les différencient des autres essais ; tels que type de sollicitation, les dimensions et la nature des éprouvettes et les conditions aux limites des essais.

II.2. Transfert de charge entre la fibre et la matrice

L'interface est le siège d'un mécanisme important qui est le transfert de charge, entre fibre par cisaillement de la matrice au sein d'un matériau composite [124]. Ce transfert de charge est bien entendu, largement conditionné par la réponse mécanique de la zone de contact entre la fibre et la matrice autrement dit de l'interface ou de l'interphase. Quand les composites sont soumis à différentes conditions de chargement, l'efficacité du transfert de charge à travers l'interface joue un rôle important dans la performance globale des composites [23, 166]. C'est cette transmission de charge qui permet au composite de remplir pleinement sa fonction mécanique. Il est possible de décrire les processus de transfert de charge par des modèles micromécaniques simplifiés considérant, par exemple, un V.E.R. (Volume Élémentaire Représentatif) constitué d'une fibre noyée dans un cylindre de matrice sur lequel est appliqué une contrainte de traction. L'écriture des équations d'équilibre élastique permet théoriquement de déterminer le profil de la contrainte de traction dans la fibre et celui du cisaillement à l'interface. A partir de ces données, il est possible d'évaluer la courbe contrainte-déformation du composite.

En fonction du comportement supposé de l'interface, différentes réponses peuvent être simulées. Dans ce travail deux modèles pionniers dans ce domaine sont présentés, Cox (1952) [30] et Kelly-Tyson (1964) [99]. Dans le modèle de Cox, la liaison entre fibre et matrice est supposée parfaite et le comportement mécanique de ces constituants considérés élastiques. Au contraire, le modèle de Kelly-Tyson a initialement été développé dans le contexte de matériaux à matrice métallique pour lesquels des mécanismes de plasticité sont activés au voisinage de l'extrémité des fibres. Un autre modèle applicable aux composites à matrices polymères, combinant les approches de Cox et de Kelly est le modèle mixte [167], reprend l'hypothèse de Cox dans la partie centrale de la fibre : C'est-à-dire que la fibre est soumise à un chargement élastique jusqu'à la décohésion de l'interface et dans la partie où il y a décohésion, il reprend l'hypothèse de Kelly c'est-à-dire un cisaillement constant.

II.2.1. Modèle de Cox, transfert de charge élastique

On considère un V.E.R. constitué d'un fragment de fibre de rayon a enrobée dans un cylindre de matrice dont le rayon R est fixé par la fraction volumique de fibres v_f , et les hypothèses faites sur l'arrangement des fibres. Ce V.E.R est soumis à ses extrémités à une déformation en traction ε_1 . Seules les composantes axiales des contraintes générées dans la fibre et la matrice sont considérées. Il s'agit donc d'une approche monodimensionnelle dans laquelle la contrainte axiale dans une section donnée de la fibre est en outre supposée uniforme. Dans ce modèle La fibre et la matrice sont supposées parfaitement élastiques et la liaison fibre/matrice parfaite. Ce modèle donne les contraintes dans la fibre et à l'interface par les formules (II.1) et (II.2) et le profil des contraintes sont représenté par la figure II.1.

$$\sigma_f = E_f \varepsilon_1 [1 - \cosh(nx/r) / \cosh(ns)] \quad (\text{II.1})$$

$$\tau_i = \frac{1}{2} n E_f \varepsilon_1 \sinh(nx/r) / \cosh(ns) \quad (\text{II.2})$$

Où $s = L/a$ est le rapport d'aspect de la fibre, n est une constante $n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln(R/a)}$

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

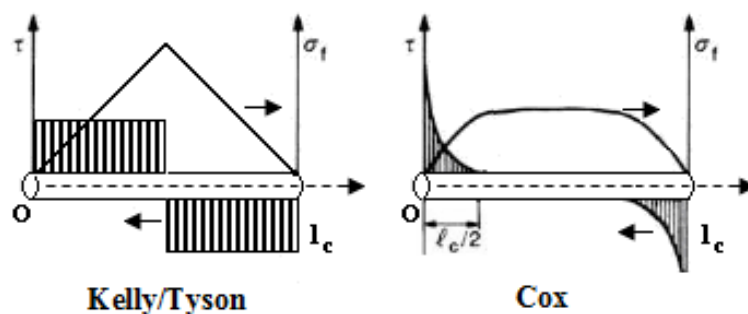


Figure II.1 : Modèles de Kelly/Tyson et de Cox des profils de contraintes de tension dans la fibre et de cisaillement à l'interface.

II.2.2. Modèle de Kelly-Tyson

Le modèle de Kelly-Tyson a initialement été développé dans le contexte de matériaux à matrice métallique pour lequel des mécanismes de plasticité sont activés au voisinage de l'extrémité des fibres.

Le modèle de Cox montre que le transfert de charge conduit au développement de contraintes interfaciales de cisaillement dont l'amplitude est maximale aux extrémités de la fibre. Dans la réalité, ces concentrations de contraintes sont limitées par le seuil de plasticité de la matrice ou la mise en glissement de l'interface. Par ailleurs, l'approche élastique n'est plus valable à partir du moment que la contrainte de traction dans la matrice excède sa limite d'élasticité. Ces phénomènes ont été mis initialement en évidence par Kelly et ses collaborateurs dans le cas de composites à matrice de cuivre renforcés par des fibres de Tungstène et de Molybdène. La très faible limite d'élasticité de la matrice se traduit alors, sous chargement de traction, par le développement précoce et progressif d'une zone de déformation plastique à partir des extrémités de la fibre.

Afin de décrire ces processus, Kelly et al [99] ont considéré que la contrainte interfaciale était constante aux extrémités de la fibre [168], dans la zone plastique. L'écriture de l'équilibre élastique de la fibre dans cette portion de fibre donne l'équation II.3 :

$$\sigma_f = \frac{2\tau_i}{a}(L - x) \quad (\text{II.3})$$

Cette relation s'applique également au cas où le mécanisme physique mis en jeu aux extrémités de la fibre correspond à un frottement à contrainte constante. En ce sens, l'utilisation du modèle de Kelly peut être étendue aux composites à matrice élastique dans lesquels le renforcement s'effectue par glissement à l'interface.

La déformation dans la fibre ne peut excéder la déformation du composite, ce qui signifie que la contrainte σ_f augmente linéairement (l'équation II.3) à partir de l'extrémité de la fibre, jusqu'à la valeur $E_f \varepsilon_1$ si la fibre est suffisamment longue. Cette dernière condition correspond au critère suivant (équation II.4) :

$$L_i \geq \frac{a E_f \varepsilon_1}{2\tau_i} \quad (\text{II.4})$$

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

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

L'analyse généralement adopté est celle de Kelly et Tyson [99] qui considère que la contrainte de tension dans la fibre $\tau(x)$ est linéairement croissante à partir des extrémités du fragment (figure II.1).

II.2.3. Modèle Mixte

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

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

Dans une telle situation, la valeur correspondante du cisaillement interfaciale, τ_g , est très souvent inférieure à la valeur de la contrainte de décohésion τ_d .

Afin de rendre compte de ces processus, on peut alors considérer un V.E.R dans lequel :

- La portion centrale de la fibre est soumise à un chargement élastique, la valeur du cisaillement interfacial étant limitée par la contrainte de décohésion τ_d . Dans cette zone, nous écrivons exactement les mêmes équations d'équilibre élastique que celles introduites dans le modèle de Cox.

- Dès lors que $\tau_i > \tau_d$, on considère un glissement à contrainte constante τ_g . Le transfert de charge dans cette zone s'effectue selon les hypothèses du modèle de Kelly.

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

$$\sigma_l = [V_f E_f + V_m E_m] \varepsilon_l - \frac{V_f}{s} \left[\frac{(E_f \varepsilon_l)^2 - (2\tau_d/n)^2}{4\tau_g} + \frac{2\tau_d}{n^2} \right] \quad (II.5)$$

Pour les faibles valeurs de σ , le deuxième terme du second membre de l'équation (II.5) induit une non linéarité dans la relation contrainte-déformation.

II.3. principe et limitations de test de déchaussement (pull-out)

Le test de déchaussement (pull-out) est un essai de caractérisation micromécanique de l'adhésion interfaciale fibre/matrice est considéré comme étant la technique la plus avancée. Il consiste à réaliser un essai de traction sur un monofilament partiellement enchâssé dans de la résine et à mesurer la force nécessaire pour extraire cette fibre de sa gaine de matrice. L'essai de déchaussement a été à l'origine développé par Shiriajeva et Andreevskaya (1962) [169], amélioré par Favre et Perrin (1972) [170], Piggott et al. (1985) [156], Hampe 1988 et Hampe et al. 1989 [171, 172]. Différentes configurations de pull-out existent (figure II.2), la fibre pouvant être enchâssée soit dans une goutte de résine, soit dans un bouton de résine, soit encore, plus classiquement, dans un bloc de résine. Dans tous les cas, la résine est liée à la partie inférieure du dispositif de traction.

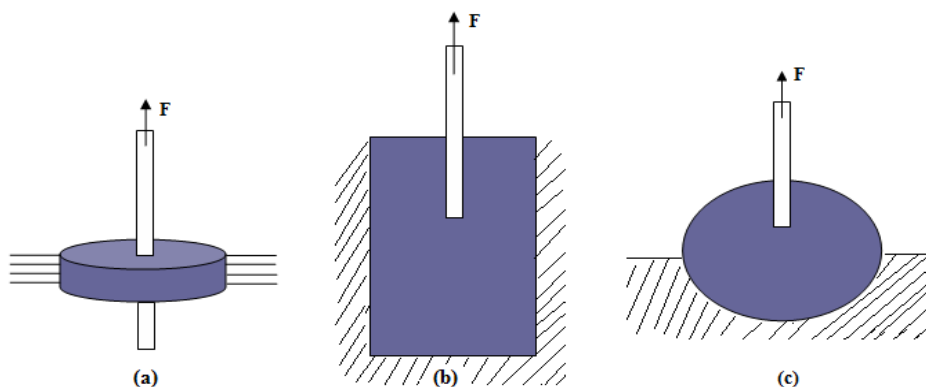


Figure II.2 : Différents configurations de pull-out : (a) Favre (b) Piggott, (c) Hampe.

La figure II.3 présente une courbe typique obtenue lors d'un essai de déchaussement, contient généralement trois zones types [173]. La première partie ($0 \leq F \leq F_d$) est linéaire et correspond à une sollicitation élastique de l'ensemble : fibre, matrice et interface. La force atteint sa valeur critique au point F_d à partir duquel la pente de la courbe diminue et il y a amorçage de fissure, cette dernière est liée au phénomène de rupture à l'interface. Pour la partie ($F_d \leq F \leq F_{max}$), la fibre commence à s'extraire de la matrice par propagation de la fissure, ce qui explique la diminution de la pente, jusqu'au point F_{max} . A partir de ce point, toute la partie entourée de matrice se trouve déchaussée et on assiste à une décohésion totale. Seuls des efforts de frottement entre fibre et matrice sont alors enregistrés à partir de ce moment. La qualité de l'interface est évaluée en utilisant la résistance interfaciale (IFSS). Celle-ci est calculée à partir de la charge maximale de déchaussement (F_{max}) et de la géométrie de l'échantillon.

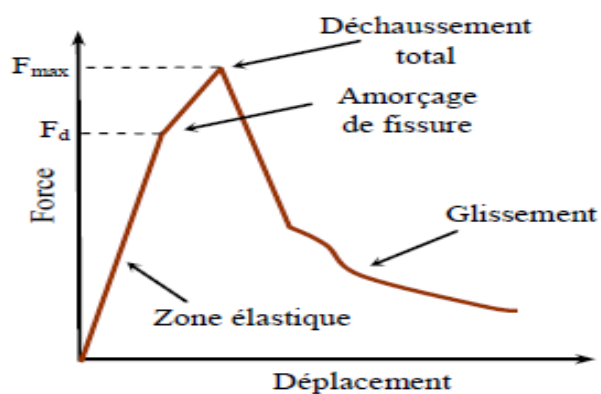


Figure II.3 : Courbe typique de pull-out : traction [86].

La force de décohésion « F_d » est un paramètre important de l'essai, la longueur de la fibre enchâssée est notée L . Dans le cas de systèmes à forte adhésion interfaciale, cette longueur doit être suffisamment faible pour que la force nécessaire au défibrage reste inférieure à la force de rupture en traction de la fibre [112], une analyse simple montre en effet la compétition existant entre ces deux phénomènes. On peut ainsi définir la notion de longueur critique d'enchâssement, les systèmes à forte adhésion imposant des longueurs critiques très faibles ($<100 \mu\text{m}$), difficiles à atteindre en pull-out. Pour de faibles longueurs d'enchâssement, certains auteurs ont montré qu'en pull-out (dans le cas des configurations (a) et (c) seulement figure II.2), la force requise pour rompre l'adhésion du bout de la fibre à la matrice devenait prépondérante devant la force nécessaire au défibrage, ce qui rendait l'essai inexploitable. Ces inconvénients ont conduit à la mise au point d'une variante de ce test : le test de la goutte, permet, outre une grande facilité de mise en œuvre des échantillons, de tester des systèmes de plus forte adhésion (obtention de plus faibles longueurs enchâssées).

Le test de la goutte se différencie de celui de déchaussement par la configuration particulière des échantillons : ici, la fibre est enchâssée dans une microgoutte de résine déposée sur le monofilament avant cuisson. On peut, par cette technique, atteindre des longueurs d'enchâssement très faibles, jusqu'à 30 μm , ce qui est rarement possible en pull-out. Le seul facteur limitant de l'essai est, dans le cas d'une résine thermodurcissable, la viscosité initiale de la résine qui, si elle est trop élevée, empêche le dépôt de petites gouttes. Enfin, le test de la goutte permet, par rapport au pull-out, la réalisation relativement rapide d'un grand nombre d'échantillons (la mise en œuvre de ceux-ci ne nécessitant pas de montage spécifique) [112].

La figure II.4 présente l'allure des courbes de traction obtenues de l'essai de goutte sur les systèmes verre/époxy [136]. Comme en pull-out, ces courbes permettent de déterminer la force de défilage F_d . Tout le problème est alors de relier cette grandeur expérimentale à un paramètre plus spécifique à l'interface : c'est l'objet des diverses modélisations.

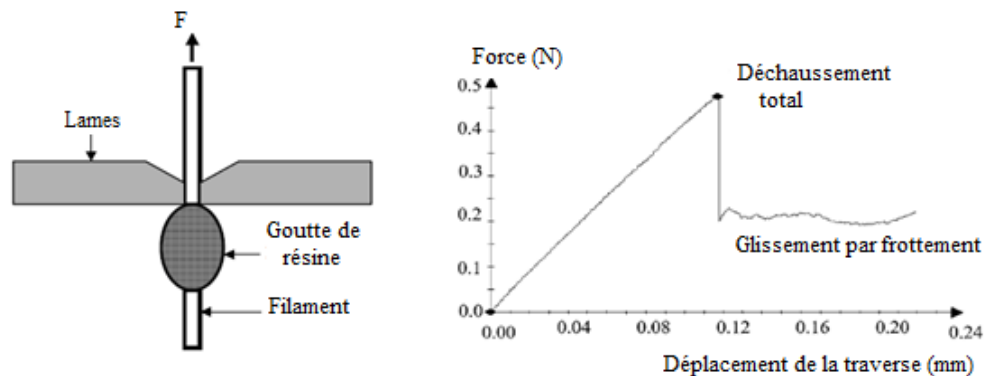


Figure II.4 : Schéma de principe du test de la goutte, Courbe typique force/déplacement en traction.

II.3.1. Notion de longueur critique enchâssée

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

L'équilibre de force sur une fibre sollicitée en traction donne :

$$(\pi r^2)\sigma = (2\pi r)L\tau = F \quad (\text{II.6})$$

Où r est le rayon de la fibre, L longueur de fibre enchâssée, F la force de traction appliquée sur la fibre, σ la contrainte de traction dans la fibre, et τ la contrainte de cisaillement à l'interface fibre/matrice.

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

$$\tau_i = \frac{F}{\delta_f} = \frac{F}{(2\pi rL)} \quad (\text{II.7})$$

Pour avoir décohéation interfaciale il faut que : $F=F_d$ (F_d force de décohéation)

$$\tau_d = \sigma_d = \frac{F_d}{(2\pi rL)} \quad (\text{II.8})$$

Nous avons décohéation sans rupture de la fibre si :

$$F_f^R \geq F_d \text{ (Résistance en traction de la fibre)} \quad (\text{II.9})$$

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

$$F_d = \sigma_d(2\pi rL_c) \quad (\text{II.10})$$

$$F_f^R = [\sigma_R^f](\pi r^2) \quad (\text{II.11})$$

On remplace (II.8) et (II.9) dans (II.7) on aura :

$$L_c \leq \frac{[\sigma_R^f]}{2 \sigma_d} r \quad (\text{II.12})$$

Avec L_c est la longueur critique.

Pour des valeurs d'enchâssement inférieur à L_c le test du pull out peut être réalisé [174].

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

II.4. Description des différentes tendances des modèles analytique de test pull-out développé

En tant que variante récente du test de pull-out, le test de goutte n'a pas encore suscité de littérature abondante. Les théories, pourtant nombreuses [175-177], utilisées en pull-out ne peuvent être appliquées directement à l'étude de ce test ; en effet, une simple comparaison des configurations d'essai (figures II.2 et II.4) montre que les conditions aux limites imposées à la matrice et à l'extrémité de la fibre sont différentes. D'une manière générale, en pull-out, la résine pourra se déformer plus facilement que dans le test de la goutte, notamment en cisaillement (sa raideur étant moins grande). De ce fait, l'interprétation des essais de microgoutte nécessite une modélisation particulière. Comme pour les tests micromécaniques, on peut distinguer deux grands types d'approches [112, 178, 179] :

une approche de type mécanique de la rupture, réalisant un bilan des énergies mises en jeu au moment de la rupture interfaciale (critère énergétique) ;

une approche de type shear-lag qui opère un bilan des contraintes existant au sein du système fibre/goutte (critère de contrainte maximale). On peut inclure dans ce dernier type d'approche les analyses par éléments finis.

II.4.1. Modèles utilisant un critère énergétique

L'intérêt de ce type de modèle a été souligné notamment par Piggott; après avoir lui-même employé, dans ces premiers travaux, un critère de contrainte, il a préféré de choisir un critère énergétique pour interpréter les essais pour lesquels apparaît un processus de rupture fragile ce qui est le cas, en particulier, des systèmes verre ou carbone/époxy. En effet, les phénomènes de rupture brutale seraient plutôt gouvernés par un critère énergétique provenant de la mécanique de la rupture, alors que les processus de rupture progressive dépendraient d'un critère de contrainte [176]. Les modèles énergétiques développés par Piggott, bien qu'adapté à une configuration classique de pull-out.

II.4.1.1. Modèle de Piggott

La géométrie utilisée est celle du pull-out [180], ou une fibre de rayon r possède une extrémité enchâssée sur une longueur L dans un cylindre de résine de rayon R (figure II.5). Sous l'action de la force de traction, F , à laquelle est soumise la fibre, la matrice est cisailée. La fibre se déchausse brutalement pour une force F_c telle que :

$$F_c = 2\pi r \sqrt{(E_f G_i r)} \sqrt{\left(n L t h \left(\frac{nL}{r} \right) / r \right)} \quad (\text{II.13})$$

Avec : $n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln\left(\frac{R}{r}\right)}$, E_f : module d'Young de la fibre, G_m : module de cisaillement de

la matrice et G_i : énergie de rupture de l'interface.

Il intéressant de noter que Piggott a employé cette expression pour décrire, avec précision, des résultats obtenus par le test de la goutte [157] sur un système kevlar/époxy, pour lequel des longueurs de gouttes de 40 à 400 μm ont pu être obtenues.

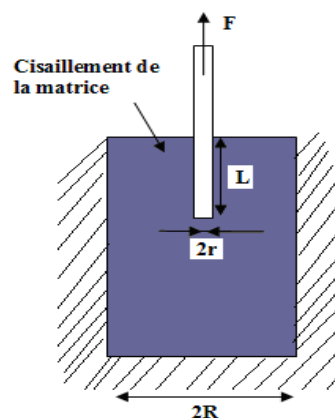


Figure II.5 : Géométrie de l'essai utilisée par Piggott.

II.4.1.2. Modèle de Penn et Chou

La géométrie décrite par Penn et Chou [181] (figure II.6) se rapproche plus de celle du test de la goutte. Néanmoins, il ne semble pas que la présence des lames qui réalisant un pseudo encastrement de la matrice sur sa frontière supérieur, soit prise en compte. Les auteurs considèrent une fissuration initiale de l'interface de longueur a . l'équilibre énergétique indique qu'une partie de l'énergie élastique emmagasinée est libérée pour permettre la rupture de l'interface. Ceci donne l'expression de la force de défibrage F_c (équation II.14) :

$$F_c = \frac{2\pi r \sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{\left(1 + \frac{1}{ch^2\left(n\left(\frac{L-a}{r}\right)\right)}\right)}} \quad \text{(II.14) Avec } n^2 = \frac{2G_m}{E_f \ln\left(\frac{R}{r}\right)}$$

Cette expression se simplifie dans le cas où la longueur fissurée est négligeable devant la longueur d'enchâssement ($a \ll L$) pour donner la formule (II.15) ; ceci représente en particulier le cas des échantillons pour lesquels les observations en Microscopie Electronique à Balayage n'ont jamais révélé de fissure.

$$F_c = \frac{2\pi r \sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{\left(1 + \frac{1}{ch^2\left(\frac{nL}{r}\right)}\right)}} \quad \text{(II.15)}$$

Cette expression fait intervenir les mêmes paramètres que celle de Piggott, en particulier en ce qui concerne le paramètre n , celui-ci est étroitement lié au cisaillement de la gaine de matrice d'épaisseur $(R-r)$. Quand la longueur d'enchâssement « L » devient suffisamment importante, la formule (II.15) possède une forme simplifiée $F_c = 2\pi r \sqrt{(rE_f G_i)}$ qui ne peut être utilisée dans le cas, des longueurs de fibre enrobée étant trop faibles.

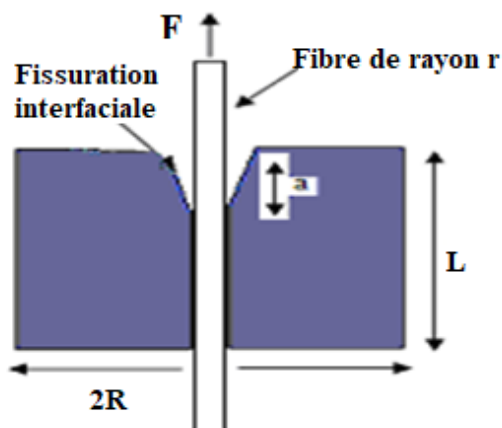


Figure II.6 : Modèle de Penn et chou.

II.4.1.3. Modèle de Palley et Stevans

L'étude de palley et stevans [182], très riche, considère une configuration de test très proche de la réalité (figure II.7). La goutte est représentée par un cylindre de longueur L et de diamètre D . Le modèle permet de prendre en compte l'écartement éventuel, h , des deux lames par rapport à la fibre, cet écartement engendrant alors, au cours du test, le cisaillement d'un cylindre de matrice d'épaisseur h autour de la fibre ; la matrice se trouvant sous les lames est, quant à elle, comprimée pendant le test. Après l'amorçage de la rupture de l'interface, un frottement entre la fibre décollée et la matrice est pris en compte.

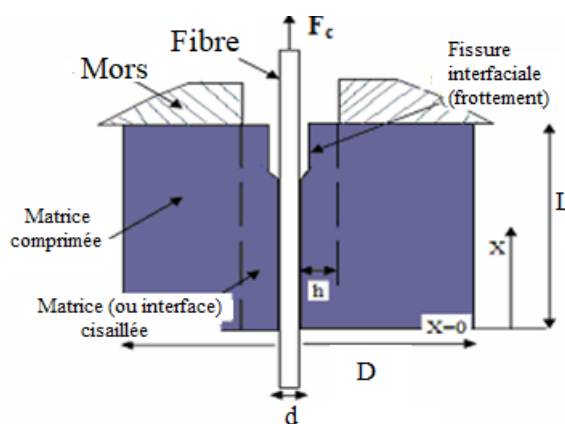


Figure II.7 : Définition de la géométrie employée par Palley et Stevans [182].

Palley et Stevans se placent en élasticité linéaire et considèrent l'amorçage et la propagation d'une fissure cylindrique à l'interface. Le bilan énergétique qu'ils écrivent conduit à une expression assez complexe de la force de défibrage, F_c , en fonction notamment de la position du front de fissure ; ceci leur permet de réaliser une étude de l'évolution de la force au cours de la phase de propagation de la fissure.

L'équation, complexe mais peu restrictive, donnant la force de défibrage permet de réaliser des études numériques de sensibilité à divers paramètres comme le coefficient de frottement interfacial et l'épaisseur h de la matrice cisillée. Ce dernier paramètre n'aurait qu'une faible influence sur le résultat final, ce qui peut justifier qu'on le considère comme négligeable. Expérimentalement, cela signifie qu'un mauvais contrôle du positionnement des lames ne devrait pas, dans une certaine limite tout au moins, avoir de répercussions significatives sur la force de défibrage obtenue, c'est-à-dire ne devrait pas être un motif de dispersion des résultats.

L'expression donnant la force de défibrage F_c se simplifie alors en supposant, d'une part que la contribution du cisaillement d'un cylindre intérieur de matrice est négligeable, et d'autre part que le frottement à l'interface est très faible. On aboutit à la formule (II.16) :

$$F_c = 2\pi r \frac{\sqrt{(rE_f G_i)}}{\sqrt{1 + \frac{E_f}{E_m \left(\frac{D^2}{d^2} - 1 \right)}}} \quad (\text{II.16})$$

II.4.2. Modèles utilisant un critère de contrainte

Ce groupe de modèles vise à évaluer le profil des contraintes à l'interface en fonction de la charge appliquée. On postule généralement qu'il y a défibrage quand la contrainte interfaciale maximale atteint la résistance interfaciale. Cette approche, plus simple que l'approche énergétique, donne bien souvent des résultats plus proches de la réalité expérimentale.

II.4.2.1. Analyse de Greszczuk

L'analyse de Greszczuk sans doute la plus ancienne, a inspiré de nombreux auteurs [175, 183, 184]. C'est incontestablement la théorie de référence pour l'interprétation des essais de pull-out. La géométrie de test étudiée par Greszczuk est semblable à celle considérée par Piggott (figure II.5), à ceci près qu'il introduit une interphase d'épaisseur b_i et de module de coulomb G_i , entourant la fibre comme une gaine sur toute sa longueur.

Greszczuk fait des hypothèses quand le modèle est axisymétrique, élastique, linéaire, que les effets radiaux sont négligeables (pas de dépendance radiale), que les déformations et contraintes imposées par la fibre sous l'application de la charge F (P sur la figure II.5) sont entièrement accommodées au sein de l'interphase, d'épaisseur faible, la matrice environnante n'étant pas perturbée. Il obtient l'expression du profil des contraintes le long de l'interface ; La

contrainte de cisaillement n'est pas constante le long d'une fibre, la formulation suivante estime la valeur de cette contrainte en un point de fibre qui est distante de l par rapport à une origine 0 (figure II.8), la fibre est enchâssée dans la matrice à une profondeur L par rapport à la même origine, la contrainte de cisaillement est maximale au point d'émergence de la fibre et vaut :

$$\tau_i = \tau_m \frac{\alpha L}{th(\alpha L)} \quad (\text{II.17}) \quad \text{avec} \quad \tau_m = \frac{F_d}{2\pi rL} \quad \text{et} \quad \alpha^2 = \frac{2G_i}{b_i r E_f}$$

Cette expression fait intervenir des paramètres propres à l'interface, ce qui limite l'application de ce modèle (sous cette forme), puisque ces grandeurs ne sont généralement pas connues.

Pour contourner cette difficulté, on suppose très souvent que $G_i = G_m$ et que $b_i = r \ln(R/r)$ ou R est le rayon de matrice entourant la fibre, ce qui conduit à une nouvelle expression de α :

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

Cette expression est la variante la plus classique mais on peut

trouver d'autres formulations dans la littérature (la formule générale donnant τ_i restant identique). Le problème de ce type de modèle est formuler les hypothèses précises conduisant à l'évolution de α .

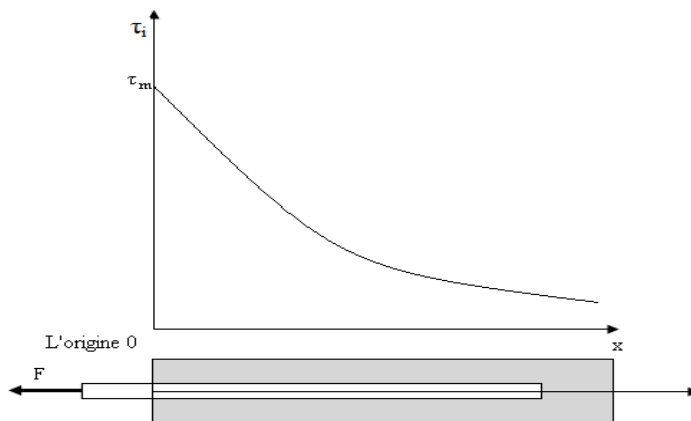


Figure II.8 : Allure de la contrainte de cisaillement interfaciale en fonction de la distance par une origine (la méthode du pull-out).

L'hypothèse de Greszczuk, selon laquelle les déformations sont entièrement accommodées par l'interphase, ne peut être valable que si la capacité de déformation de l'interphase est beaucoup plus grande que celle de la matrice (matrice supposée rigide) ; en cas contraire, le calcul est incorrect et doit prendre en compte la contribution de la matrice environnante.

II.4.2.2. Modèle de contrainte moyenne

L'hypothèse la plus simple que l'on puisse faire concernant la contrainte de cisaillement interfacial est, bien sûr, de la supposée constante tout au long de l'interface fibre/matrice. Cette hypothèse est celle prise par le modèle de contrainte moyenne. L'équilibre des forces sur la fibre donné par l'équation II.18 :

$$F=2\pi r l \tau_i \quad (\text{II.18})$$

Où l la longueur enchâssée, r le rayon de la fibre et τ_i la résistance interfaciale en cisaillement. Cette formule donne une évaluation de la contrainte moyenne de cisaillement ; elle est amplement utilisée tant pour le test de la goutte [185] qu'en pull-out [170] ou même en microindentation. Sa simplicité permet une exploitation rapide des résultats. Ce modèle est à l'heure actuelle le modèle le plus couramment utilisé pour l'interprétation des résultats du test de la goutte.

II.4.2.3 Analyse de Scheer et Nairn

Scheer et Nairn [186] considèrent le même type de géométrie que Palley et Stevans avec des conditions aux limites légèrement différentes (figure II.9). Le modèle est axisymétrique, élastique et linéaire ; les contraintes axiales dans la fibre et la matrice sont supposées ne dépendre que de x (pas de dépendance radiale). Les auteurs cherchent, par une méthode variationnelle, le meilleur champ de contrainte admissible pour le problème. Les expressions générales obtenues pour les diverses contraintes internes sont complexes et ne seront pas décrites ici, ni même exploitées.

Dans le cas d'une goutte de résine époxy sur une fibre de carbone, les profils de contrainte le long de l'interface ; la longueur enchâssée choisie vaut dix fois le rayon de la fibre, ce qui constitue un cas expérimental réaliste. Le résultat majeur qui ressort de cette étude est le caractère complexe de l'état de contraintes à l'interface ; celle-ci aurait autant de chances de rompre sous l'effet des contraintes radiales de traction qu'en cisaillement. D'autres auteurs [187] parviennent aux mêmes conclusions en modélisant l'essai de pull-out par éléments finis. L'interprétation du défibrage en termes de critère de rupture devient alors beaucoup plus difficile et il faudrait peut-être considérer un critère de rupture mixte. Le test de la goutte pourrait ne pas fournir la résistance de l'interface en cisaillement mais plutôt la résistance de l'interface à un état de contraintes complexe traction/cisaillement.

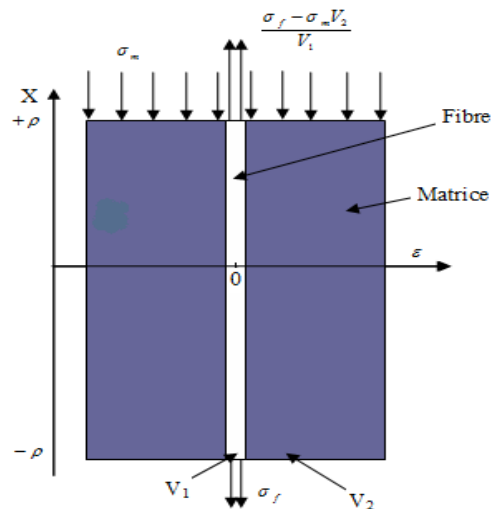


Figure II.9 : Géométrie utilisée par Scheer et Nairn.

II.4.2.4. Les études Raman

Parallèlement aux diverses modélisations mathématiques des tests micromécaniques, une technique expérimentale d'évaluation des déformations subies au cours de ces tests se développe depuis quelques années : la spectroscopie infrarouge, à des fréquences de vibration caractéristique de groupements atomiques du matériau testé (pics Raman). Or, ces fréquences sont fonction de la force et de la longueur des liaisons interatomiques, donc de la déformation subie par le réseau.

La spectroscopie Raman permet d'obtenir une mesure directe des déformations et, ce, à un niveau microscopique puisque la résolution est de quelques microns.

Cette technique a déjà été couplée avec succès aux tests micromécaniques de fragmentation [188] et pull-out [189, 190], permettant une visualisation directe du profil de déformation globale appliquée à l'éprouvette. On peut remonter au profil de la contrainte de cisaillement interfacial, τ_i , en écrivant classiquement l'équilibre des forces sur une section de fibre (figure II.10) et en supposant l'élasticité de la fibre, d'où : $\tau_i = E_f \frac{rd\varepsilon}{2dx}$ ou ε est la déformation axiale dans la fibre et E_f le module d'Young.

Cette technique de mesure des déformations in situ a l'avantage de limiter le nombre d'hypothèses faites pour évaluer le cisaillement interfacial. Bien sûr, toute technique a ses limites et le Raman ne peut être utilisé que pour étudier des fibres situées en surface d'un composite, pour une matrice transparente et pour des fibres possédant un signal Raman suffisamment intense. D'où sa bonne application sur des composites modèles comme ceux testés en pull-out et fragmentation. Une application en microindentation est certainement beaucoup plus difficile à concevoir. Enfin, ce type d'étude reste encore à faire sur des

composites carbone/époxy expérimentés en test de la goutte, ou la présence des mors peut être une difficulté supplémentaire.

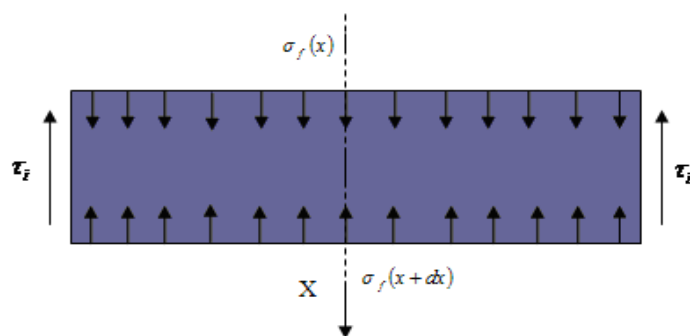


Figure II.10 : Équilibre des forces sur une section de fibre.

II.4.2.5. Modèle de B.L.T

Béatrice large Toumi [112] a choisi de développer une approche basée sur un critère de contrainte pour une configuration géométrique se rapprocher au mieux de la configuration réelle du test (de la goutte (figure II.2)). Le modèle est réalisé dans le même esprit que celui de Greszczuk (même mise en équation), la géométrie et les conditions aux limites étant adaptées au cas du test de la goutte.

De ce fait, il apparaît que la géométrie réelle de l'essai peut être modélisée comme indiqué la figure II.11. La goutte est représentée par un cylindre de longueur L, ou L n'est pas la longueur d'enchâssement, mais bien la longueur de goutte s'étant décollée de la fibre au cours de l'essai (c'est-à-dire sans tenir compte du ménisque résiduel), cette valeur est obtenue par un contrôle optique systématique, après chaque test. Compte tenu de la forme elliptique des gouttes et de la position relative des mors, le diamètre du cylindre de matrice de la figure II.5 est pris égal au diamètre de la goutte. Cette géométrie axisymétrique est proche de celle considéré par Palley et Stevans.

L'indice "m", "f", se rapporte à la matrice et la fibre, τ_i désigne la contrainte de cisaillement à l'interface, c'est-à-dire $\rho=r$. On se place dans un cadre élastique, linéaire, avec symétrie de révolution (pas de torsion). On suppose que les contraintes axiales dans la matrice σ_m , et dans la fibre σ_f , ne dépendent pas de ρ , et que les effets radiaux sont négligeables, ces effets comprennent le gonflement de la matrice et la contraction de la fibre dus aux effets du coefficient de poisson ; ces deux hypothèses sont classique en calcul analytique (Greszczuk 1969, Piggott 1980, ...).

4.2.6. Modèle de Zhang

Zhang et al [173] ils ont développé un modèle analytique étudié le comportement de pull-out de composite ciment renforcé de fibre continue. Ce modèle est basé sur l'analyse des contraintes et le déplacement dans fil multi-filaments avec la combinaison des conditions de continuité. Récemment Zhang et al (2013) ils ont étudié les mécanismes de rupture des fils noyés dans un bloc de ciment, [191]. Dans ce travail les mécanismes de rupture sont analysés à partir de la courbe typique de déchaussement (de fil de bloc de ciment) qui contient généralement trois zones types (figure II.12) : la phase de collage parfaite, phase de décollage, et phase de frottement pur. Lorsque la force F de traction appliquée sur l'extrémité libre de fil atteint une valeur critique F_c , le déchaussement de fil commence à avoir lieu. Il est le début de la deuxième phase, le fil commence à s'extraire de la matrice par propagation de la fissure, ce qui explique la diminution de la pente, jusqu'au point F_{max} . A partir de ce point, toute la partie entourée de matrice se trouve déchaussée et on assiste à une décohésion totale. Seuls des efforts de frottement entre fil et matrice sont alors enregistrés à partir de ce moment c'est la troisième phase frottement pur. C'est trois phase sont représenté comme suit :

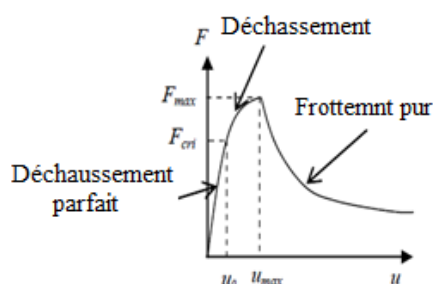


Figure II.12: Courbe de test Pull-out.

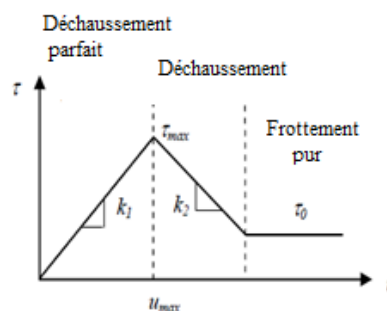


Figure II.13: Courbe de contrainte de cisaillement en fonction de déplacement.

Les hypothèses près en considération dans ce modèle sont :

- la matrice est considérée comme un corps rigide non déformable et que le déplacement du fil dans la matrice est étudié.
- Le fil multi-filaments est considéré comme une seule fibre de sorte qu'il n'y a pas de cisaillement entre les filaments.
- Les matériaux utilisés fil et matrice de ciment sont respectivement homogène, isotrope et linéairement élastique.
- La contrainte de cisaillement τ entre le fil et la matrice augmente proportionnellement avec le déplacement u de fil ($\tau = k_1 u$) pendant la phase de collage parfait. Il atteint ca

valeur maximale τ_{\max} au début de la phase de décollement et ensuite il diminue proportionnellement au déplacement u de fil ($\tau = k_2 u$) au cours de la phase de déchaussement. En fin pendant la phase de frottement pur il devient τ_0 constant le long de toute la longueur de fil. La figure II.13 montre la contrainte de cisaillement en fonction de déplacement tel que k_1 , k_2 sont des module de liaison correspondant respectivement à la phase de collage parfait et la phase de décollement. τ_{\max} et τ_0 sont des paramètres obtenus expérimentalement.

La mise en équation de la relation entre le déplacement u de fil et la force F en pull-out est basée sur l'analyse de la contrainte et le déplacement du fil à l'interface entre le fil et la matrice en tenant compte des différentes conditions de continuité pour les différentes phases. Zhang a fait une comparaison entre les résultats analytiques et les résultats expérimentaux ont montré que les résultats expérimentaux sont en bon accord avec ceux obtenus selon le modèle d'analyse développé dans ce travail.

II.5. Essai de microindentation

Le test micro-indentation est le plus proche de la réalité par ce que nous utilisons un produit fini qui intègre les paramètres de fabrication du matériau. Cette essai est largement utilisé pour déterminer les deux propriétés mécaniques de l'interface fibre-matrice, le coefficient de frottement et la contrainte radial résiduel d'après J. Ye , A. k . Kaw [154]. Comme il permet une mesure de la force de décohésion in situ sur composites réels (principalement unidirectionnels). Le succès des essais est également étroitement lié à la qualité du polissage des échantillons testés, un polissage inadapté nuisant au bon repérage des fibres et provoquant leur fragilisation préliminaire.

La mesure de la contrainte de décohésion σ_d permet alors de déduire la résistance interfaciale au cisaillement τ_i qui est une fonction assez complexe de σ_d , des caractéristiques élastiques G_m de la matrice et E_f de la fibre, du diamètre d de la fibre et de la distance inter fibres [113-115, 192].

II.5.1. Modélisation des essais sur composites à matrice organique

De manière générale, la plupart des modèles représentant le comportement de composites à matrice organique lors des essais de microindentation prend en compte non seulement le contraste des propriétés élastiques existant entre les fibres et la matrice, mais encore la distance inter-fibre. Bien sûr, comme nous sommes en présence d'une interface

chimiquement liée, le premier but à atteindre est l'obtention d'une caractéristique de cette adhésion, associée à la force de défibrage trouvée expérimentalement. De même qu'en pull-out, deux types d'approches peuvent être envisagées, l'une considérant un critère de rupture énergétique et l'autre un critère de contrainte maximale ; en microindentation, ce dernier critère est le plus répondu, même si certains auteurs [193] notent que la ténacité d'interface est sans doute le paramètre intrinsèque à la décohésion (ce type d'analyse permettrait une meilleure description de la dépendance de la force de déchaussement au rayon de la fibre indentée).

Vu la complexité des états de contraintes engendrés (notamment en raison du contact entre l'indenteur et la fibre), beaucoup d'études [194,195] utilisent des méthodes numériques, en particulier des approches par éléments finis. On peut cependant, dans le cas du push-through, trouver une analyse très simple.

II.5.1.1. Essai de « push-through » : analyse en contrainte moyenne

L'essai de push-through est sans doute à la microindentation ce que le test de la goutte est au pull-out. La faible épaisseur des échantillons utilisés, couplée aux conditions aux limites subies par la fibre, permet une mise sous contrainte de l'interface sur toute sa longueur, de sorte qu'un défibrage total apparaît [196]. Comme en test de la goutte, on peut alors interpréter raisonnablement (en termes de dispersion obtenu sur les résultats) l'essai en considérant que la contrainte de cisaillement interfacial (l'équation II.22), τ , est constante, soit :

$$\tau = \frac{F_d}{2\pi rL} \quad (\text{II.22})$$

Où F_d est la force de décollement, r le rayon de la fibre et L l'épaisseur de l'échantillon. Si cette approche est extrêmement simple, elle suppose néanmoins l'obtention d'échantillons très particuliers (entre 80 et 1300 μm d'épaisseur pour un verre/époxy), dont la découpe et le polissage se révèlent très délicats à réaliser. Le push-through est donc une alternative intéressante, qui permet une analyse simple des résultats, mais qui pose des difficultés d'ordre expérimental non négligeables.

II.5.1.2. Configuration classique du test : études numériques

Les méthodes numériques sont très puissantes et permettent la prise en compte d'un grand nombre de paramètres expérimentaux, comme ceux liés au mode de chargement de la fibre. Elles sont censées pouvoir donner de très bonnes approximations des champs de contrainte et de déformation au sein du composites testé. Une étude numérique sérieuse est celle effectuée par Mandell et al [195] par la méthode des éléments finis, cette étude possède

l'énorme avantage d'avoir été conduite et présentée de façon à ce que ses résultats puissent être appliqués à des géométries et des matériaux très divers.

II.5.1.2.1. Approche par éléments finis

La géométrie utilisée par Mandell 1986 [195] est représentée dans la figure II.14. La fibre indentée, de diamètre D_f , est entourée d'un cylindre de matrice d'épaisseur T_m , lui-même entouré d'une gaine de matériau possédant les propriétés moyennes du composite. La zone de contact entre le poinçon et la fibre est caractérisée par son diamètre D_σ , qui est une fraction du diamètre de la fibre.

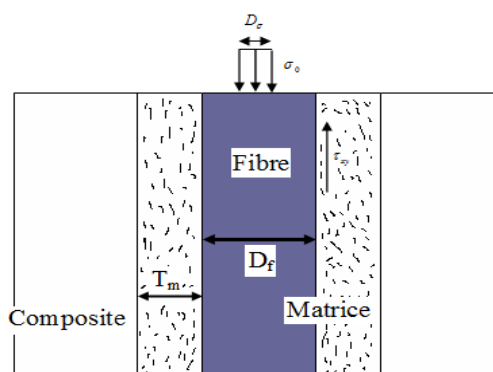


Figure II.14 : Géométrie considérée par Mandell 1986

Les auteurs réalisent plusieurs études de sensibilité ; en ce qui concerne l'influence du mode de chargement, ils regardent l'influence du diamètre D_σ de la zone de contact sur la valeur du rapport de la contrainte de cisaillement interfacial, τ_{xy} et sur la contrainte moyenne appliquée

à la fibre :

$$\sigma_m = \frac{4F}{\pi D_f^2} = \sigma_0 \frac{D_\sigma^2}{D_f^2} \quad (\text{II.23})$$

F : la charge appliquée, σ_0 : la contrainte au sommet de la fibre.

Les auteurs ont apprécié, cet effet, dans le cas d'un matériau verre/époxy ; on montre en particulier que, si la localisation du maximum de la contrainte de cisaillement le long de l'interface dépend de l'étendue de la zone de contact, sa valeur est pratiquement inchangée. Ceci permet de s'affranchir de l'évaluation de l'aire réelle de contact, et de ne tenir compte que la contrainte moyenne σ_m .

II.5.1.2.2. Approche par éléments de frontière

Chen, Young 1991 [197] utilisent la même géométrie et la même approche que l'étude précédente ; seule la méthode numérique employée varie, puisqu'il s'agit ici d'une méthode intégrale n'utilisant plus des éléments finis mais des éléments dits « de frontière ». Cette

technique permet une meilleure évaluation des champs de contraintes aux interfaces, les éléments finis ne donnant qu'une solution approchée (par éléments finis, les valeurs des contraintes sont en fait calculées non pas à l'interface mais sur éléments du maillage la bordant).

En guise de conclusion à cette partie, signalons enfin que les méthodes numériques, bien que très performantes, demandent un gros investissement, puisqu'elles nécessitent, d'une part l'acquisition (ou la mise au point) d'un code de calcul adapté, d'autre part sa parfaite connaissance pour avoir une vision critique des résultats obtenus (et détecter, en particulier, les insuffisances propres au code utilisé). Hélas, de telles études apparaissent souvent dans la littérature comme des « boîtes noires » : elles délivrent beaucoup d'informations, mais dont on ne connaît pas les conditions d'obtention (conditions aux limites, précisions géométriques, valeurs des constantes utilisées,...) et dont il est donc difficile d'apprécier la validité.

II.5.1.3. Modèle de B.L.T

Dans ce modèle large Toumi et al ont choisi de développer une approche analytique, plus simple à mettre en œuvre qu'en méthode numérique, et qui permet une interprétation plus directe des phénomènes physiques supposés intervenir au cours des essais [112, 198]. Ils ont établi une modélisation inspirée des travaux de Piggott, 1980 (eux même influencés par des travaux antérieurs de Greszczuk, 1969), qui prenaient déjà en compte l'effet de la distance interfibrilles mais dans une configuration de traction globale de l'éprouvette composite. En modifiant le modèle de Piggott, en introduisant des conditions de chargement et les conditions aux limites représentatives des conditions d'essai.

Ils ont considéré un arrangement hexagonal de fibres et introduisant la notion de rayon équivalent, R_{eq} , et à réduire la géométrie initiale à une géométrie équivalente (Figure II.15), (La géométrie introduite est un modèle axisymétrique formé de cylindres concentriques).

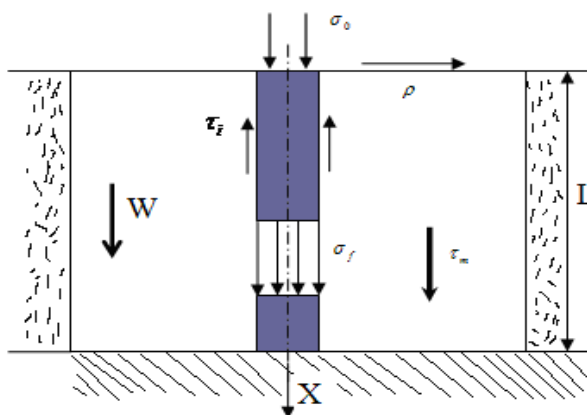


Figure II.15 : Géométrie équivalente (coupe).

Le rayon équivalent donné par : $\pi R_{eq}^2 - \pi r^2 = A$

R_{eq} . Ce rayon est calculé de sorte que la quantité de matrice cisailée lors de l'indentation, dans le cas de l'arrangement hexagonal et dans le cas équivalent), soit la même (aire notée A). La géométrie équivalente est représentée en coupe, r est le rayon de la fibre. Les essais sont réalisés à des charges suffisamment faibles pour que les fibres avoisinant la fibre indentée ne soient pas affectées par l'état local des contraintes et, en particulier, pour qu'il n'y ait pas rupture interfaciale à leur niveau. Le déplacement longitudinal est nul en $\rho=r$ (resp. R_{eq}). Expérimentalement, La fibre étant élastique, l'équation différentielle régissant le problème est alors :

$$\frac{d^2 \sigma_f}{dx^2} = \frac{n^2}{r^2} \sigma_f \quad \text{ou} \quad n^2 = \frac{2G_m}{E_f L n \left(\frac{R_{eq}}{r} \right)}$$

σ_f est la contrainte longitudinale dans la fibre, E_f son module d'Young, G_m le module de cisaillement de la matrice et r le rayon de la fibre.

La résolution de cette équation passe par l'écriture des conditions aux limites du problème ; on suppose :

$$\sigma_f = 0 \text{ pour } x=L, \text{ et } \sigma_f = \sigma_0 = -F/\pi r^2 \text{ pour } x=0.$$

L'expression analytique de la contrainte longitudinale dans la fibre est :

$$\sigma_f = -\sigma_0 \left[ch\left(\frac{nx}{r}\right) - coth\left(\frac{nL}{r}\right) sh\left(\frac{nx}{r}\right) \right] \quad (\text{II.24})$$

L'expression analytique de τ_i est :

$$\tau_i = \frac{n\sigma_0}{2} \left[sh\left(\frac{nx}{r}\right) - coth\left(\frac{nL}{r}\right) ch\left(\frac{nx}{r}\right) \right] \quad (\text{II.25})$$

Quand la charge appliquée F atteint la force de défibrage F_d , on écrit simplement que le maximum de la contrainte interfaciale τ_i atteint (en valeur absolue) la résistance interfaciale en cisaillement τ_i soit :

$$\tau_i = \frac{F_d}{2\pi r^2} \sqrt{\frac{2G_m}{E_f L n \left(\frac{R_{eq}}{r} \right)}} \quad (\text{II.26})$$

- **Détermination de R_{eq} :**

L'environnement réel d'une fibre est généralement complexe et très variable au sein d'un même échantillon ; il ne peut que très rarement être représenté par un arrangement

hexagonal. De ce fait, les tests que nous présentons ne conduisent presque jamais au décollement de la fibre sur tout son pourtour. Pour cette raison, et vu la difficulté d'étude (et la complexité) des phénomènes intervenant dans un cas de défibrage total (généralement en compétition avec la fracturation de la fibre).

Le rayon équivalent R_{eq} pour l'essai d'indentation peut être défini sans ambiguïté par :

$$\frac{\theta R_{eq}^2}{2} = \frac{\theta r^2}{2} + A_m \quad \text{ou encore par :} \quad \frac{\theta R_{eq}^2}{2} = \frac{\theta R^2}{2} - A_f$$

ou A_m (resp. A_f) est l'aire de matrice (resp. de fibre) comprise dans le secteur d'angle θ et de rayon R (Figure II.16).

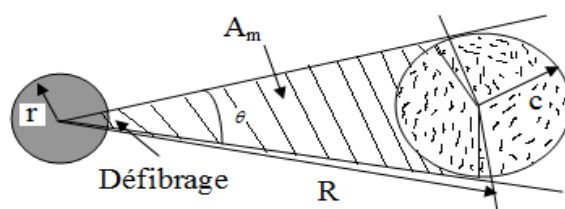


Figure II.16 : Détermination locale du rayon équivalent.

Pour évaluer R_{eq} , on peut soit mesurer directement sur photo l'angle θ et l'aire A_m , soit calculer

l'aire A_f par la formule approchée suivante : $A_f = \frac{(\pi - \theta)c^2}{2} + cR \left(1 - \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \right)$,

Ce qui donne : $R_{eq}^2 = R^2 + c^2 - \frac{2cR}{\theta} \left(1 - \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \right)$ ou $\theta = 2 \text{Arcsin}\left(\frac{c}{R}\right)$

R est la distance entre la fibre indentée et sa plus proche voisine (responsable de défibrage) et c le rayon de cette même fibre.

II.6. Discussion : validité des différents modèles

II.6.1. Calcul d'une caractéristique interfaciale

Les résultats calculés avec les différents modèles analytiques présentés précédemment, qui donnent les paramètres caractéristiques de l'interface, G_i énergie de rupture interfaciale ou τ_i résistance de cisaillement interfaciale est donné dans le tableau II.1 (Pour quatre matériaux qui ont été choisis pour mettre en évidence le rôle de l'interface fibre/matrice. Ils ont en commun la fibre de renfort- fibre T300-6K de Toray- et la matrice -matrice époxy, de type DGEBA/DDM, LY1808RF/HT972 de Ciba-Geigy de formulation très proche au système LY556/HT972).

Les plaques composites ont été réalisées par empilement de nappes unidirectionnelles (14 plis) et cuisson autoclave. Les deux cycles de cuisson sont : un cycle dit long comportant une post-cuisson supposée conduire à une réticulation totale du réseau et un cycle industriel, dit court, sans post-cuisson, ne devant produire qu'une réticulation incomplète (légère sous-réticulation). Les ensimages utilisés pour la fabrication de ces matériaux sont les ensimages commerciaux 4 et 5 de Toray, avec l'ensimage 5, qui est l'ensimage standard des fibres T300, est un ensimage compatible époxy et polyester alors que l'ensimage 4 est seulement compatible époxy [199].

Ces quatre systèmes utilisés dans l'analyse des différents modèles analytiques ainsi que la nomenclature employée pour les designers sont :

S : Standard- désigne le matériau de référence, fibre T300-6K-50B (fibre oxydée, ensimage 5) cycle de cuisson long ;

SR : Sous réticulée- désigne le matériau pour lequel la matrice a une densité de réticulation plus faible, fibre T300-6K-50B (fibre oxydée, ensimage 5) cycle de cuisson court ;

ENS : Ensimage –désigne le matériau pour lequel l'ensimage a été modifié, fibre T300-6K-40D (fibre oxydée, ensimage 4) cycle de cuisson long ;

NO : No Oxydée- désigne le matériau pour lequel la fibre n'a pas subi de traitement d'oxydation, fibre T300-6K-59A (fibre non oxydée, ensimage 5) cycle de cuisson long.

Matériau	G_i (Piggott) J/m ²	G_i (Penn) J/m ²	G_i (Palley) J/m ²	τ_i (Moyen) MPa	τ_i (B.L .T) MPa
S (Système de référence)	15±5 (36%)	21±10 (47%)	54±14 (27%)	72±8 (12%)	230±25 (11%)
SR (pas d'oxydation)	15±4 (29%)	22±9 (39%)	51±12 (24%)	70±7 (10%)	215±21 (10%)
ENS (ensimage différent)	15,5±9 (58%)	22±16 (74%)	77±22 (28%)	78±10 (13%)	300±40 (13%)
NO (sous-réticulation)	11±5 (49%)	15±9 (57%)	38±16 (42%)	60±11 (18%)	190±39 (20%)

Tableau II.1 : Evaluation G_i , τ_i par divers modèles.

Il ressort de l'étude de tableau II.1, que :

- Le matériau NO présente, dans tous les cas, une dispersion importante, due à une dispersion expérimentale liée à la structure de matériau (moins bonne homogénéité probable des propriétés de surface des fibres non oxydées) ;

- Les modèles énergétiques de Piggott et Penn, conduisent à des résultats très dispersifs ;
- Les deux modèles évaluant une résistance interfaciale, τ_i , conduisent à des dispersions raisonnables qui peuvent indiquer une bonne description des résultats expérimentaux ;
- De manière générale, les ordres de grandeurs des différentes valeurs de, τ_i (ou G_i) obtenues par divers modèles ne sont pas comparables ; ceci explique en partie la grande variété de valeurs que l'on peut rencontrer dans la littérature concernant les mêmes types de matériaux, outre les problèmes liés aux techniques expérimentales et à la définition précise des matériaux étudiés.

L'étude des résultats montre que les modèles de Piggott et Penn ne reflètent pas la dépendance réelle de F_d (force de défilage) par rapport au diamètre de la goutte ; ceci est compréhensible, vu les configurations de test choisies par ces auteurs, relativement éloignées des conditions imposées par les autres modèles.

Les modèles de Palley, de contraintes moyenne et B.L.T. prennent en compte cette dépendance pour les différents matériaux. Ces trois modèles sont donc plus adaptés à la description des essais, mais dans la gamme de diamètre de goutte à tester. Mais cette analyse ne permet pas vraiment de distinguer laquelle des trois approches est la plus adéquate.

II.6.2. Comparaison des différents résultats

Les valeurs d'énergie de rupture interfaciale obtenue par le modèle de Palley sont du même ordre de grandeur que les résultats de la littérature sur des composites à fibres de carbone, (par exemple, $G_i=40 \text{ J/m}^2$, valeur obtenue par Piggott (1986) en pull-out, configuration adaptée au modèle de Piggott) et semblent indiquer que les interfaces des matériaux étudiés par B.L.T. ont une énergie de rupture élevée pour un couple carbone/époxy (les verre/époxy présentant des énergies interfaciales comprises entre 50 et 150 J/m^2). Ces valeurs demeurent très inférieures à celle mesurées sur résine pure [199].

L'écart obtenu entre les résistances interfaciales évaluées par les modèles B.L.T. et de contrainte moyenne suppose un profil de contrainte constant le long de l'interface, ce qui n'est pas absolument pas réaliste (cf les études Ramen ou éléments finis en pull-out) ; le modèle de B.L.T., quant à lui, calcule le maximum de la contrainte de cisaillement, ce dernier étant forcément supérieur à τ_i (moyen) (équation II.247) puisque :

$$\frac{1}{L} \int_{-L}^0 \tau_e (B.L.T.) (x) dx = \frac{1}{L} \int_{-L}^0 \frac{-F\alpha}{2\pi r [ch(\alpha L) - 1]} sh[\alpha(x + L)] dx = \frac{-F [ch(\alpha(x + L))]_{-L}^0}{2\pi r L [ch(\alpha L) - 1]}$$

$$\frac{1}{L} \int_{-L}^0 \tau_e (B.L.T.) (x) dx = \frac{-F}{2\pi r L} = \tau_i(\text{moyen}) \quad (\text{II.27})$$

Le modèle de contrainte moyenne évalue simplement la valeur moyenne de la contrainte interfaciale au moment de défibrage ; le modèle B.L.T. propose une évaluation a priori plus réaliste de la résistance interfaciale.

Le tableau II.2 présente une synthèse de résultats obtenus en pull-out ou en test de la goutte sur des systèmes carbone/époxy. La classification est établie en fonction du type de modélisation utilisé, puisque nous avons vu que celle-ci influait beaucoup sur l'ordre de grandeur des résultats. Une comparaison globale de ces résultats se révèle difficile car, d'une étude à l'autre, non seulement les configurations de test changent, mais encore les matériaux et les modélisations utilisées.

Type d'analyse	Auteurs	Configuration de test	Matériau (fibre/résine) (1)	Type de fibre (2)	τ_i (MPa)
Contrainte Moyenne $\tau_i = F_d / 2\pi r L$	Favre, Perrin (1972)	Pull-out	Courtauld HTS/époxy HM/époxy	HTS HM	57 5,5
	Piggott (1985)	Pull-out	Herculès AS1/époxy	HM	56
	Herrera-Franco, Drzal (1992)	Goutte	Herculès AU4/828 AS4/828	HT N.O. O.	23 50
	B.L.T.	Goutte	Toray T330-59/époxy T330-50/époxy	HT N.O. O.	60 72
Greszczuk $\tau_i = \tau' \alpha L / th(\alpha L)$ (3) Avec $\tau' = F_d / (2\pi r L)$	Barbier et al (1989)	Pull-out	Courtauld XAU/5208 XAS/5208	HTS N.O. O.	88,5 125
	Désarmot, Sanchez (1984)	Pull-out	Courtauld HT/LY556 Toray T300/LY556	HT N.O. O. HT N.E. N.O. O.	20 70 50 60
	Guigon, Klinklin (1993)	Pull-out	Toray T300 /5208	HT N.E. N.O. O	133 150
B.L.T.	Large Toumi	Goutte	Toray T330-59/époxy T330-50/époxy	HT N.O. O.	190 230

⁽¹⁾Les résines utilisées sont des résines époxy, désignées par leur appellation commerciale quand celle-ci est connue, MY750 et LY556 de Ciba, 828 de Shell, 5208 de Narmco ;

⁽²⁾ les fibres sont généralement oxydées et ensimées sauf mention spéciale ; N.O. : non oxydée ; N.E : non ensimée ; HT et HTS : fibres a haute résistance ; HM : fibre haut module ;

⁽³⁾ l'expression du paramètre α varie suivant les auteurs, mais elle dépend toujours du module d'Young de la fibre, du module de cisaillement de la matrice, du rayon de la fibre et du rayon de la matrice.

Tableau II.2 : synthèse de résultats obtenus en test de la goutte et pull-out sur des systèmes fibre de carbone/résine époxy en fonction du type de modélisation utilisé [199].

Si l'on regarde l'ensemble des résultats pour un mode de calcul donné, le système fibre T300 (Toray)/résine époxy présente une résistance interfaciale élevée, ce qu'avaient déjà noté Favre et Perrin (1972), ces auteurs n'ayant pu tester ce système en raison de sa trop forte adhésion (obtention de ruptures en traction du filament). Ce système présente une résistance supérieure à celle obtenue avec les fibres HTS de Courtauld (XAU, XAS). Ce classement apparaît également à travers les essais de pull-out de Désarmot et Sanchez (ou de Guigon et Barbier, ces deux auteurs utilisant la même modélisation) ; ces derniers ont testé des fibres T300 non ensimées (T300 90A), donc présentant des propriétés d'adhésion plus faibles que celle des fibres utilisées dans l'étude de B.L.T ; or, les résistances obtenus avec les fibres non ensimées (60MPa) sont comparables à celle des fibres Courtauld (70 MPa).

Les valeurs obtenus dans l'étude de Désarmot et Sanchez contrastent avec celles des travaux de Guigon d'une part et Barbier de l'autre ; l'utilisation d'une résine différente ne peut justifier un tel écart (rapport 2 à 3 entre les deux ; séries de valeurs) qui a sans doute son origine dans la modélisation employée. Les valeurs obtenues par Guigon sur des fibres T300 non ensimées peuvent être considérées comme une borne inférieure vis-à-vis des caractéristiques de matériaux étudiés par Large Toumi, ce qui n'est pas démenti par les résultats de cette dernière.

Remarque : Dans tout ce qui précède, les auteurs n'ont pas évoqué le phénomène de plastification de la résine ou de l'interface, phénomène possible vu les niveaux de contrainte subis, ceci pour deux raisons ; d'une part, la résine époxy employée est de type fragile, ce qui rend ce phénomène très limité ; d'autre part, l'examen des faciès de rupture en MEB indique l'existence de ruptures franches au niveau des gouttes, pour lesquelles on ne distingue pas de trace de résine résiduelle sur la fibre : les faciès sont reflet de ruptures localisées à l'interface, sans trace de plastification.

Remarquons tout de même que les hypothèses d'élasticité linéaire formulées dans la plupart des calculs (analytiques et numériques) sont vraisemblable limitatives, même dans le cas d'une résine époxy ; en effet, bien que son comportement puisse être considéré comme élastique, il présente une non linéarité marquée, en particulier pour les déformations proches de la déformation à rupture.

II.6.3. Interprétations

Quel que soit le modèle choisi, le classement des matériaux S, SR, ENS et NO, en termes d'énergie de rupture ou de résistance interfaciale, reste identique et peut être schématisé par :

$$NO \leq SR \leq S < ENS$$

Ce classement est également mis en évidence figure II.17, où les dispersions sont aussi représentées. Les trois modèles retenus nous proposent donc la même évaluation relative pour les différents matériaux ; de ce point de vue, l'analyse en contrainte moyenne se révèle tout à fait acceptable, permettant la comparaison de divers systèmes fibre/résine. Il faut cependant bien garder à l'esprit que le paramètre τ_i (moyen) délivré dans une telle approche n'est pas la résistance interfaciale du système testé, mais seulement la valeur moyenne de la contrainte de cisaillement au moment de rupture ; cette valeur permet cependant une analyse comparative des matériaux [199].

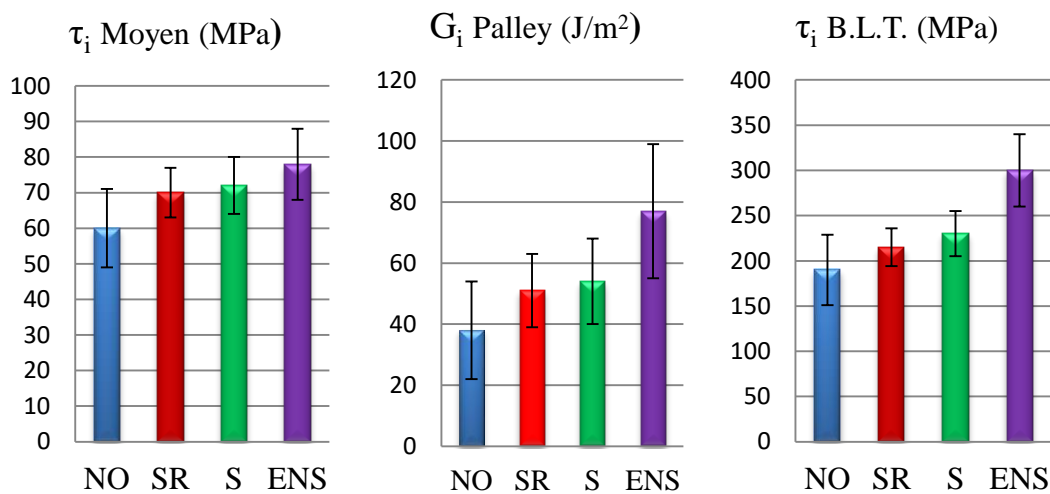


Figure II.17 : Valeur et dispersion des caractéristiques interfaciales calculées par les modèles de B.L.T, Palley, et de contrainte moyenne.

Les études réalisées en test de la goutte ont prouvé que cet essai est un essai discriminant, adapté à la caractérisation de l'interface dans les systèmes carbone/époxy. D'un point de vue matériau, ces tests ont montré que :

- Le cycle de cuisson industriel utilisé pour le matériau SR conduit à une résistance interfaciale équivalente à celle d'un matériau complètement réticulé (matériau S) ;
- L'ensimage spécifique époxy (4) assure une résistance interfaciale en cisaillement plus élevée que l'ensimage standard (5) ;
- Le traitement d'oxydation des fibres augmente la résistance interfaciale et diminue les dispersions des résultats (homogénéisation des propriétés des fibres par diminution probable du nombre de défauts de surface).

L'analyse des différents résultats obtenus dans les différentes études ont mis en évidence que l'interface optimale n'est pas celle présentant les caractéristiques les plus élevées. De plus,

chaque système fibre/matrice considéré a ses propres valeurs de propriétés interfaciales optimales, celle-ci étant liée aux propriétés de la fibre et de la matrice. Enfin, pour un système donné, il n'y a pas une interface optimale unique ; l'étude de chaque propriété du composite (par exemple : ILSS, tenue en fatigue, propriété à rupture...) peut conduire à la définition d'une interface optimale à chaque fois [199].

II.7. Conclusion

Un aperçu de certains modèles analytiques disponibles dans la littérature pour caractériser la zone interfaciale fibre/matrice est proposé dans ce chapitre. Diverses formes d'analyse ont été présentées, mais ces formes diffèrent des conditions aux limites appliquées et de la présence de divers facteurs qui ne sont pas inclus dans l'analyse. Nous avons vu que la modélisation complète (c'est-à-dire la prise en compte des effets radiaux et/ou des contraintes résiduelles à titre d'exemple) d'un point de vue mécanique, de cet essai est un problème complexe, non encore résolu. Néanmoins, il apparaît qu'une approche simple, qui évalue seulement une contrainte moyenne de cisaillement à l'interface, se révèle acceptable et représentative de la qualité de l'adhésion fibre/matrice. On obtient ainsi une bonne évaluation relative des propriétés interfaciales. Le test d'arrachement (gouttelette), associé à une telle modélisation, devient alors un outil plutôt simple à utiliser, tout en demeurant efficace. Des modèles d'éléments finis de l'interface fibre/matrice d'un essai d'arrachement (pull-out) fait l'objet du troisième chapitre, il présente la méthodologie, les données d'entrée et les résultats obtenus des différents modèles concernant le comportement de l'interface sont développés et analysés.

Chapitre III : Modélisations aux Eléments Finis de Test Pull-Out

III.1. Introduction

Le travail réalisé a servi à créer un modèle aux éléments finis (M.E.F) de l'essai *pull-out*. Il a été choisi parmi tous les tests micromécanique présentés au chapitre II car disposait d'une campagne d'essai pull-out menée par plusieurs auteurs. Pour rappel, cet essai consiste à réaliser un essai de traction sur un mono-filament partiellement enchâssé dans de la résine, afin de provoquer la perte d'adhérence de la matrice sur la fibre et à mesurer la force nécessaire pour extraire cette fibre de sa gaine de matrice. Cette modélisation a été menée pour simuler le comportement des interfaces soumises à un effort de cisaillement. Une étude paramétrique vise à analyser l'influence de divers paramètres sur le comportement ou les performances de la zone interfaciale (la géométrie du modèle, épaisseur de la zone cohésive (interface), diamètre de la fibre (matrice), conditions aux limites,...).

III.2. Énoncé du problème

La première étape vers l'analyse de matériaux composites renforcés par des fibres consiste à choisir un volume élémentaire représentatif (VER) sur la base des conditions de l'arrangement de la fibre. L'arrangement hexagonal de fibres est le plus couramment utilisé.

La géométrie introduite est un modèle axisymétrique formé de cylindres concentriques. Le cylindre central représente une fibre, entouré par le matériau de matrice. Au sein de ce VER, une interface est considérée. Le schéma de cette configuration est présenté par la figure III.1 tel que L est la longueur du VER, r_f est le rayon de la fibre, r_i le rayon de l'interface et r_m le rayon de la surface extérieure de la matrice. Ce travail consiste à développer un modèle micromécanique accommodant, de manière à obtenir les champs de contraintes dans un système à trois phases (fibre/interface/matrice) dans des conditions de chargement mécanique. La figure III.1 montre le modèle simplifié, avec les conditions aux limites, dans lequel la partie supérieure de la matrice est encastrée. L'essai consiste à appliquer une force sur la surface supérieure de la fibre pour déchausser la fibre de sa gaine de matrice.

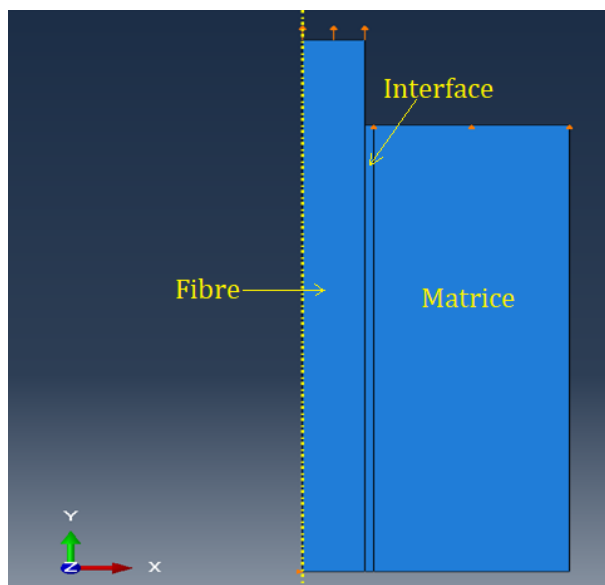


Figure III.1 : Modélisation de l'essai pull-out.

III. 2.1 La géométrie du modèle et les matériaux

Au vu de la symétrie du système, le modèle construit est de type axisymétrique. Il se compose de trois parties : "Fibre", "Interface" et "Matrice" (figure III.1). Dans l'analyse, le rayon de la fibre r_f est de $7 \mu\text{m}$ et le rayon VER est de $15 \mu\text{m}$. Entre la fibre et la matrice une couche mince avec une épaisseur $t = 1 \mu\text{m}$ est introduite pour modéliser la zone interfaciale. La longueur de la fibre est prise égal à $50 \mu\text{m}$, enchâssé dans un cylindre de matrice de longueur $L = 42 \mu\text{m}$.

Cette géométrie a été choisie pour correspondre aux essais de Greszczuk et Large-Toumi [112]. Le matériau utilisé dans cette étude est un composite époxy renforcé en fibres de verre-E. En réalité, la couche intermédiaire entre la fibre et la matrice est inhomogène avec une transition en douceur des propriétés mécaniques. A cette échelle, il devient très difficile de mener des mesures, bien que les propriétés des interphases puissent être déterminées par des simulations de dynamique moléculaire. Q. Wang et F.P. Chiang [200] ont utilisé la technique de SIEM (Speckle Interferometry With Electron Microscopy) pour la détermination de module du Young de l'interphase d'un composite à matrice métallique.

La plupart des études analytiques considèrent les fibres et la matrice comme des matériaux isotropes. Cependant, les observations expérimentales indiquent que la fibre présente une isotropie transversale, par conséquent, la fibre est considérée comme matériau isotrope transversalement dans cette étude.

Comme présenté par Wu et al. (2000) [53], l'épaisseur de la zone d'interphase est comprise entre 100 et 200 nm pour les matériaux composites à fibre de carbone/époxy. Cependant, l'épaisseur et les propriétés de l'interphase dépendent des changements locaux de processus chimiques et physiques tels que la cristallisation et la réticulation au voisinage de la fibre. Par exemple, pour les composites à fibre de verre-S /époxy, l'épaisseur de l'interphase varie de 10 à 1000 nm (Tsai et al. 1990) [54]. Une épaisseur de l'interphase de 500 nm est considérée par Priyank U. et al [201] pour le composite carbone/époxy.

En effet, pour les composites verre-S/époxy et graphite/époxy, l'interphase est beaucoup plus souple que la matrice [54]. D'autre part, l'interphase est plus rigide que la matrice pour certains matériaux composites carbone-époxy non enrobés, ou composites GF / polyester [55]. L'analyse d'image micrographique de la région d'interphase suggère que l'interphase a un gradient dans les propriétés du matériau de telle sorte qu'elle corresponde aux propriétés de la fibre et de la matrice au niveau des limites [55]. La rigidité relative de la région d'interphase dépend aussi de l'épaisseur de sa couche. Une couche plus épaisse se traduit par une interphase rigide tandis qu'une couche intermédiaire mince présente un comportement plus doux [54].

Les moyens d'investigation de la zone interfacial exigent des techniques spécifiques d'exploitation à l'échelle submicronique [14, 15]. Parmi ces techniques, l'AFM (Le microscope à force atomique) et la nanoindentation ont souvent été utilisées dans la dernière décennie pour caractériser les interfaces composites à matrice organique [16-22].

Ce travail propose d'utiliser les propriétés mécaniques déterminées à l'échelle micro de la zone d'interphase à partir de mesures de microscope à force atomique (AFM) pour modéliser le comportement d'un composite verre/époxy

III.2.2 Caractérisation de l'interphase par Microscopie à Force Atomique

III.2.2.1 Principe du Microscopie à Force Atomique

Le microscope à force atomique (ou AFM pour Atomic Force Microscope) [54] est composé d'une pointe solidaire d'un bras de levier qui balaie la surface à étudier. Les atomes de la surface vont attirer ceux de l'extrémité de la pointe du fait des forces de van der Waals qui s'exercent entre eux. La pointe suivra alors le relief de la surface, provoquant une déflexion du microlevier qui pourra être mesurée (généralement par réflexion laser) et l'image topographique de la surface pourra être reconstituée (figure III.2).

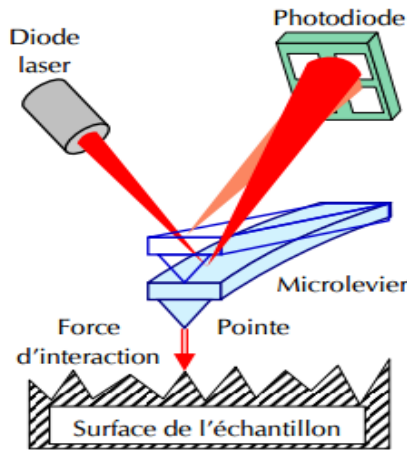


Figure III.2 : Schéma simplifié d'un microscope à force atomique.

Un AFM peut fonctionner selon trois modes distincts :

- Mode contact : Les forces mises en jeu sont des forces de répulsion à courte distance. On peut alors travailler à force constante (pour les échantillons très rugueux) ou à hauteur constante ;
- Mode contact intermittent ou « tapping mode » : Le microlevier oscille au-dessus de l'échantillon à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. La pointe n'entre en contact que périodiquement avec l'échantillon ce qui permet d'éviter les forces de friction qui peuvent endommager certaines surfaces ;
- Mode non-contact vibrant : Ce mode permet d'évaluer les forces d'interaction à longue portée de plus faible intensité (distance pointe-surface supérieure à 10 nm).

Tout comme pour le STM, la résolution spatiale est directement fonction du diamètre de la pointe. Elle est typiquement de l'ordre de quelques nanomètres. L'AFM possède les mêmes avantages, en termes de résolution, que le STM avec en outre la possibilité d'étudier des surfaces non conductrices. Il pâtit lui aussi d'un champ d'étude très limité (quelques dizaines de micromètres carrés) et d'un temps d'acquisition rédhitoire (15 à 30 minutes). Il est à noter également une usure rapide de la pointe qui impose de la renouveler pratiquement pour chaque mesure.

III.2.2.2. Préparation du matériau

Un matériau composite à base de matrice époxy renforcée avec des fibres de verre a été préparé. La matrice thermodurcissable utilisée est une résine époxy avec du polyamine aliphatique sélectionné en tant que durcisseur à raison de 33% en poids de résine. Le renfort est

à base de fibres de verre-E (300 tex, 14 μ m) qui a subi un traitement d'ensimage commercial. Les plaques composites UD ont été réalisées par enroulement filamentaire à 120°C pendant 2h, suivi par une étape de post-durcissement à 104°C ($\pm 2^\circ$ C). La porosité résultant de l'enroulement filamentaire est restée inférieure à 1vol.% pour une teneur en fibres de 50% du volume. La distribution des fibres a été observée par microscopie optique et est illustrée sur la figure III.3.

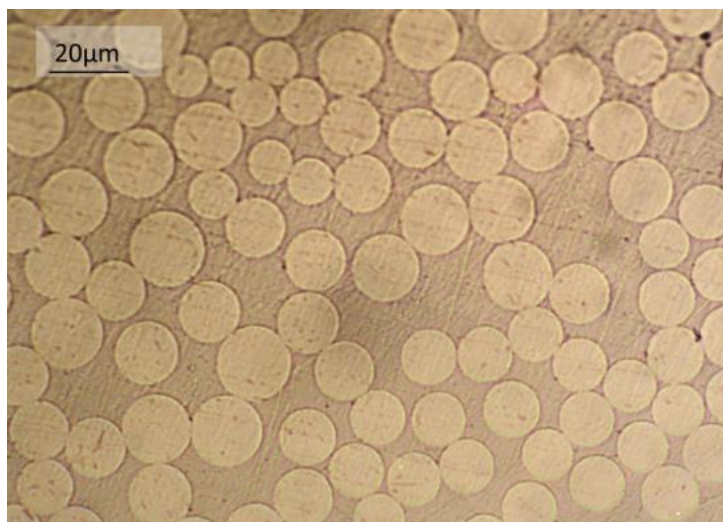


Figure III.3 : Observation par microscopie optique d'un composite UD en fibres de verre avec $V_f=50\%$.

III.2.2.3. Mesures AFM

Pour les mesures par microscopie à force atomique, une sonde de petite taille (rayon d'environne 10nm et d'une hauteur de 10 μ m [202]) est fixée à l'extrémité d'une poutre en porte-à-faux. Les mesures AFM dépendent de la rigidité du cantilever (entre 10^{-2} et 10^2 N/m). La sensibilité d'une mesure de force avec du cantilever dans des applications telles que l'AFM ou la spectroscopie de force optique (OFS) n'est généralement pas augmentée en limitant la flexion du cantilever. Le comportement mécanique de la sonde en porte-à-faux peut être grossièrement comparé au système masse ressort où k_{spring} et $k_{cantilever}$ sont respectivement la rigidité du ressort et du cantilever. La déflexion du cantilever est mesurée par une méthode optique. Un faisceau laser est focalisé sur l'extrémité du cantilever et est réfléchi sur une photodiode à cadran. Le déplacement du signal réfléchi permet de mesurer la déviation en porte-à-faux (figure III. 4).

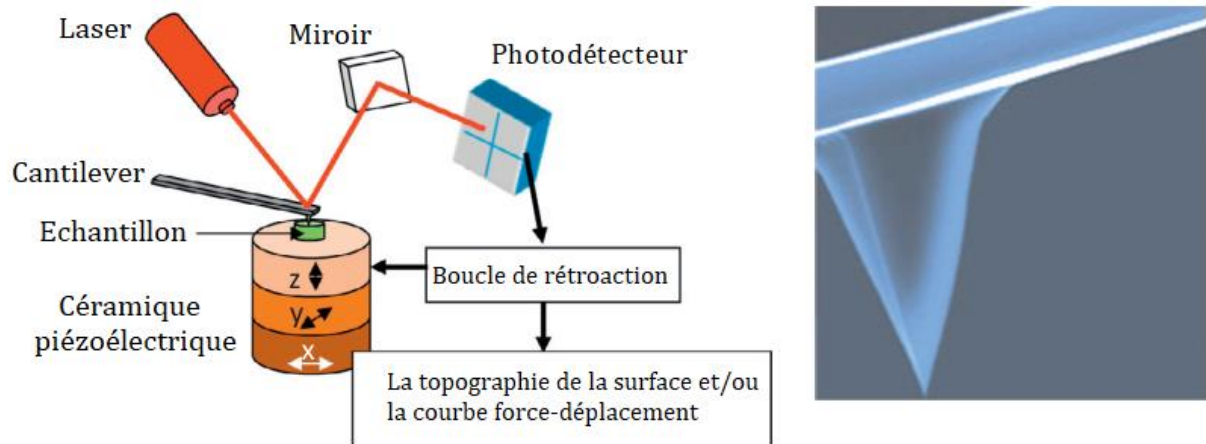


Figure III.4 : Mesure AFM et sonde Cantilever (surface de contact $\cong 10$ nm) [203].

Les mesures de microscopie à force atomique en mode force sont effectuées sur un Nanoscope V multimode de Bruker AXS avec un scanner de type 8610 JVLR. Les sondes de taraudage (type RTESP de Bruker) ont été choisies pour les mesures de force en raison de leur plage de constant élastique adéquat, entre 40 N/m et 80 N/m, adaptée à la rigidité de l'époxy. La sensibilité du système et la constante élastique en cantilever sont déterminées successivement à partir de mesures de force sur un échantillon rigide et de la méthode d'accord thermique [43], mise en œuvre dans le logiciel du nanoscope Bruker (V7.3).

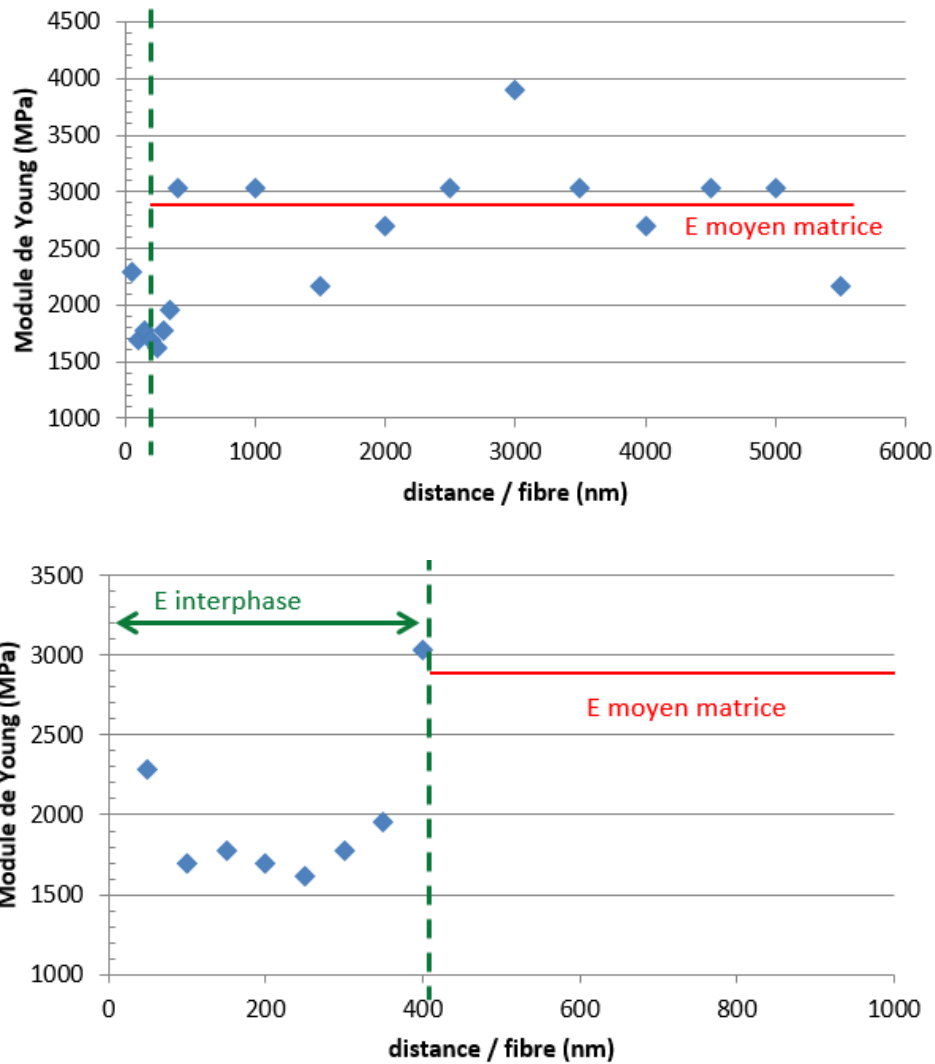


Figure III.5 : Mesures AFM du module élastique (Young) en fonction de la distance par rapport à la fibre.

D'après les mesures AFM locales, un module de Young effectif a été calculé à une distance croissante de la surface des fibres. Cinq mesures ont été effectuées sur chaque point. Pour définir la zone d'interphase, La valeur du module de Young de référence est calculée à partir d'une moyenne arithmétique des valeurs mesurées du module de Young de la matrice au-delà de 1 μm . Les résultats expérimentaux montrent une diminution du module de Young effectif en dessous de 1 μm (la distance 0 est la localisation de l'interface fibre / matrice, figure III.5). Une baisse maximale d'environ 60% par rapport à $E_{\text{référence}}$ est observée lorsque l'on se rapproche de la fibre. La zone d'interphase mécanique peut être divisée en deux parties. Entre 400 nm et 1 μm , la propriété élastique diminue d'une façon subite d'environ 30% et se stabilise sous forme d'un plateau jusqu'à à l'épaisseur de la 400nm. Entre 400 nm et 50 nm de la surface

de la fibre, les valeurs chutent de manière drastique jusqu'à atteindre une perte de propriété d'environ 30%.

III.2.3. L'épaisseur de l'interface à prendre en compte dans les modèles numériques

Les mesures de l'AFM ont mis en évidence une zone d'interphase (1 μm d'épaisseur) où la réponse élastique est fortement modifiée (diminution du module de Young effectif) (figure III.6). Pour simuler la réponse mécanique du composite, les propriétés de l'interphase sont négligées dans un premier temps en raison de la petite taille de l'interphase ($<1 \mu\text{m}$) comparativement aux autres constituants. Ensuite, nous considérons différentes épaisseurs de l'interface pour voir l'influence de ce paramètre sur le modèle numérique.

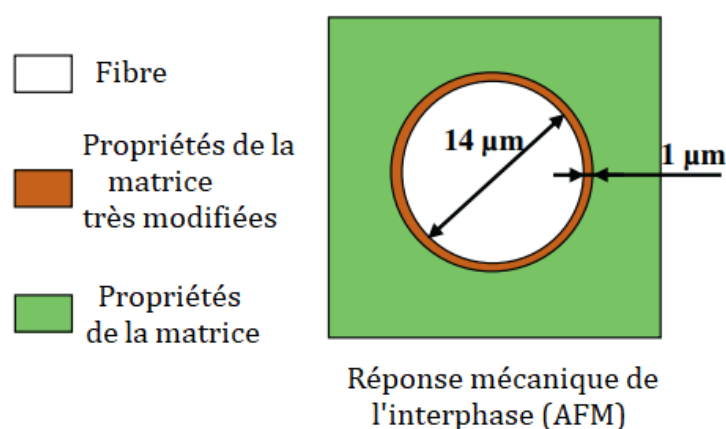


Figure III.6 : Zone d'interphase pour la réponse mécanique (AFM).

III.3. Approche phénoménologique et numérique

Les approches numériques se sont multipliées depuis quelques années. Concurrentes directes des approches globales et locales, elles apportent des résultats précis et demandent en théorie peu d'essais mécaniques pour pouvoir les mettre en œuvre. Selon le logiciel de modélisation employé, les discontinuités telles que les interfaces peuvent être représentées de manière différente : éléments joints, éléments cohésifs ou interfaces cohésives. Dans notre travail nous nous intéressons à la méthode de la zone cohésive. Ces éléments s'intègrent dans des codes de calculs aux éléments finis. La méthode des éléments finis est une méthode de résolution numérique d'équations aux dérivées partielles sur un domaine. Avec les conditions initiales du problème et les conditions aux limites du domaine, la méthode aux éléments finis fournit une solution approchée en discrétisant un problème initialement continu. La discrétisation a pour but de réduire le nombre de calcul. Elle est à la fois spatiale et temporelle :

- Le domaine continu est maillé et les équations aux dérivées partielles sont résolues aux points de Gauss des éléments ;
- Les équations continues sont discrétisées dans le temps, elles ne sont résolues qu'à certains instants.

Dans ce paragraphe, nous aborderons la méthode de la zone cohésive.

III. 3.1. Méthode de la zone cohésive

Les modèles de zone cohésive (MZC) sont utilisés pour réaliser des simulations numériques en mécanique de la rupture. Ils sont en général préférés aux approches numériques classiques pour décrire les phénomènes de fissuration car ils permettent d'intégrer d'une part des critères d'amorçage (taux de restitution d'énergie ou critères en contrainte) et d'autre part une mécanique continue de l'endommagement. Les MZC sont par exemple employés dans des applications de rupture fragile ou ductile, de propagation par fatigue, d'évolution dynamique de fissures, ...

Le concept de zone cohésive en pointe de fissure, qui a été introduit par Dugdale [204] et Barenblatt [205], est devenu un modèle permettant de simuler la propagation de fissure. Cette approche, expérimentée sous plusieurs logiciels de calcul par éléments finis, fut appliquée pour la première fois au béton puis à des métaux (Needleman [206]), des matériaux quasi-fragiles (Yang et al [207]), fragiles (Camacho et al [208]). Cette nouvelle voie de modélisation couvre un grand nombre de phénomènes comme la séparation viscoélastique (Rahul-Kumar et al [209]) ou viscoplastique (Corigliano et al [210]).

Cette section se découpe en deux sous parties traitant respectivement de la théorie de la méthode cohésive, des équations régissant le modèle et de l'utilisation sous Abaqus.

III.3.1.1. Loi de contrôle

La séparation et la rupture du matériau sont contrôlées par une loi cohésive de forme générale $\sigma = f(\delta)$. La contrainte cohésive σ possède trois composantes : σ_I la contrainte normale et σ_{II} , σ_{III} deux contraintes tangentielles. Les éléments cohésifs se séparent lorsque l'endommagement apparaît et perdent leur rigidité à la rupture (figure III.7).

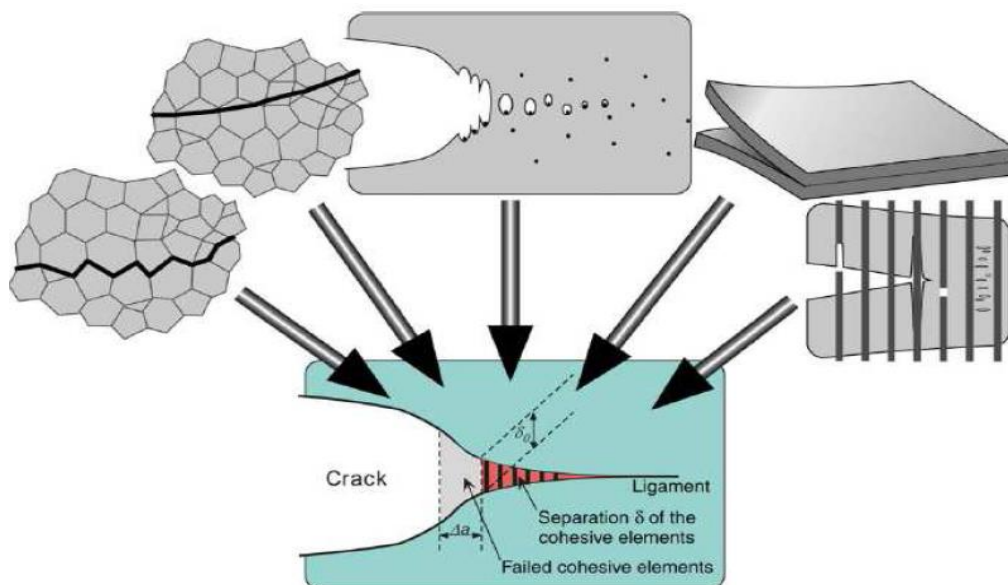


Figure III.7 : Schématisation de la propagation d'une fissure à l'aide des éléments cohésifs. Scheider et Brocks [211].

Leur séparation est calculée à partir du saut de déplacement $\delta = [u] = u^+ - u^-$, c'est-à-dire la différence entre les déplacements des éléments adjacents continus. δ est défini dans le système de coordonnées local et décomposé aussi en trois composantes, une normale et deux tangentiels. Lorsqu'une de ces trois coordonnées atteint une valeur critique, les éléments continus, initialement liés par les éléments cohésifs, sont déconnectés, modélisant la rupture en ce point du matériau. Les éléments à l'interface, obéissant à une loi cohésive, sont placés entre des éléments continus. Cette méthode permet la séparation des interfaces entre les éléments continus si une valeur critique est atteinte localement, alors que, extérieurement, le matériau se déforme par exemple d'une manière élastoplastique sans s'endommager (Figure III.7).

Pour cette raison, la fissure ne peut se propager que le long de ces éléments. Si le chemin n'est pas connu, il est nécessaire de créer plusieurs chemins de fissuration en les maillant avec des éléments cohésifs.

Il existe principalement quatre lois de contrôle :

- Loi polynomiale, Tvergaard [212] ;
- Loi multi-linéaire, Tvergaard et Hutchinson [213] ;
- Loi exponentielle, Xu et Needleman [214] ;
- Loi linéaire rigide, Camacho et al [208].

Chacune existe sous forme couplée ou découplée. Par exemple, dans le cas couplé, la loi de contrôle en traction dépend à la fois du déplacement normal et tangentiel. Les lois découplées sont utilisées dans les problèmes où un seul mode est responsable ou prépondérant dans la rupture de l'élément. Des exemples d'application sont disponibles surtout pour les polymères, Tijssen et al [215], ou pour des adhésifs avec une loi multilinéaire, Hanson et al [216].

Les lois sont classées par ordre de complexité. La version polynomiale a été rapidement améliorée pour donner l'une des versions les plus utilisées en chargement monotone. Cette loi, proposée initialement par Tvergaard et Hutchinson [213], a été reprise maintes fois et notamment par Scheider et Brocks (équation III.1) [208] :

$$\sigma = \sigma_0 \begin{cases} 2 \left(\frac{\delta}{\delta_1} \right) - \left(\frac{\delta}{\delta_1} \right)^2 & \delta < \delta_1 \\ 1 & \delta_1 < \delta < \delta_2 \\ 2 \left(\frac{\delta - \delta_2}{\delta_c - \delta_2} \right)^3 - 3 \left(\frac{\delta - \delta_2}{\delta_c - \delta_2} \right)^2 + 1 & \delta_2 < \delta < \delta_c \\ 0 & \delta_c < \delta \end{cases} \quad (\text{III.1})$$

Seuls deux paramètres, nommés force cohésive, σ_0 , et séparation limite, δ_c , interviennent. Comme dans la loi initialement proposée par Tvergaard et Hutchinson [213], deux nouveaux paramètres sont introduits : δ_1 , caractérisant la rigidité initiale, et δ_2 , limitant la zone où la contrainte de traction est constante. Ils permettent de faire varier la forme de la loi cohésive entre une forme parabolique, lorsque les deux facteurs sont égaux, et une forme rectangulaire, si δ_1 tend vers 0 et δ_2 vers la valeur critique (figure III.8).

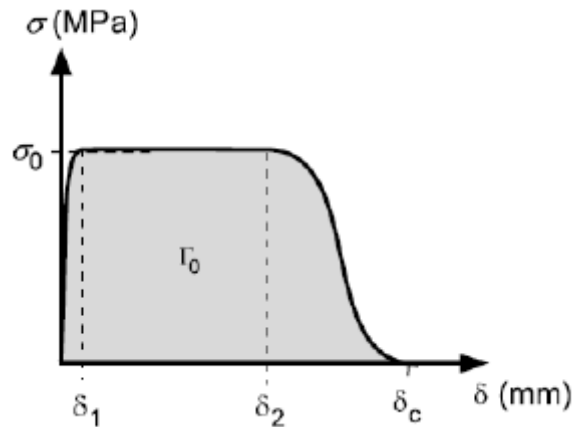


Figure III.8 : Courbe représentative de la loi de contrôle des éléments cohésifs.

L'influence de la forme de la loi sur la propagation de la fissure n'est pas systématiquement étudiée. Les avis divergent : Tvergaard et Hutchinson [213] montrent que l'influence est infime alors que Scheider et Brocks [211] insistent sur les effets significatifs de la forme de la loi. Par conséquent, les paramètres σ_0 , et δ_c doivent être choisis en tant que paramètres matériaux associés à une forme spécifique de la loi cohésive.

Enfin, il est possible de définir un nouveau paramètre qui intervient quelque fois à la place de δ_c dans la définition de cette méthode, Γ_0 , appelé l'énergie cohésive (équation III.2).

$$\Gamma_0 = \int_0^{\delta_c} \sigma(\delta) d\delta = \sigma_0 \delta_c \left(\frac{1}{2} - \frac{1}{3} \frac{\delta_1}{\delta_c} + \frac{1}{2} \frac{\delta_2}{\delta_c} \right) \quad (\text{III.2})$$

Il correspond à l'aire sous la courbe de la Figure III.8 et il est assimilé à l'énergie de création d'une nouvelle surface. Certains auteurs comme Zhang et Deng [217], montrent qu'un simple bilan énergétique, égalisant l'énergie de création de surface et de rupture, permet d'identifier les paramètres de la loi de contrôle.

Pour rendre compte de chargements complexes, les lois de contrôle de la zone cohésive ont évolué. L'expression exponentielle de la loi a permis de résoudre des problèmes plus complexes comme les décohésions sous mode mixte. La loi exponentielle, présentée explicitement dans l'article de Xu et Needleman [214], provient de la relation universelle de l'énergie de cohésion et la distance atomique dans un métal, Rose et al [218]. Ainsi, les distances de séparation normale δ_n et transverse δ_t entre les atomes apparaissent dans la formulation de la loi. Les expressions finales de la contrainte normale et tangentielle sont les suivantes (équation III.3 et III.4) :

$$\sigma_n = \frac{\phi_n}{\delta_n} \exp\left(-\frac{\Delta_n}{\delta_n}\right) \left\{ \frac{\Delta_n}{\delta_n} \exp\left(-\frac{\Delta_t}{\delta_t}\right) + \frac{1-q}{r-1} \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta_t}{\delta_t}\right) \right] \left[r - \frac{\Delta_n}{\delta_n} \right] \right\} \quad (\text{III.3})$$

$$\sigma_t = 2 \frac{\phi_n}{\delta_t} \left(\frac{\delta_n}{\delta_t} \right) \frac{\Delta_t}{\delta_t} \exp\left(-\frac{\Delta_n}{\delta_n}\right) \exp\left(-\frac{\Delta_t^2}{\delta_t^2}\right) \left\{ q + \left(\frac{r-q}{r-1} \right) \frac{\Delta_n}{\delta_n} \right\} \quad (\text{III.4})$$

avec :

- δ_n et δ_t deux longueurs caractéristiques de décohésion, associées au vecteur de Burgers, qui sont connues et propres au matériau ;
- ϕ_n est le travail normal dissipé lors de la décohésion ;
- r est un paramètre de couplage, correspondant au rapport de longueur normale atomique de séparation après séparation, à σ_n nulle ;

- Enfin, q est le rapport des travaux dissipés dans les directions normale et tangentielle.

Le rapport q est généralement fixé à 1 pour obtenir des résultats corrects, impliquant $\phi_n = \phi_t$ ce qui expérimentalement a été mis en défaut par Ayatollahi et al [219], Yang et al [220], est r et q sont les deux paramètres du modèle à déterminer. La dernière version proposée par Van Den Bosch et al [221] tend à simplifier considérablement les équations (III.3 et III.4) précédentes et à résoudre ce problème (équation III.5 et III.6) :

$$\sigma_n = \frac{\phi_n}{\delta_n} \exp\left(-\frac{\Delta_n}{\delta_n}\right) \exp\left(-\frac{\Delta_t^2}{\delta_t^2}\right) \quad (\text{III.5})$$

$$\sigma_t = \frac{\phi_t}{\delta_t} \exp\left(-\frac{\Delta_n}{\delta_n}\right) \exp\left(-\frac{\Delta_t^2}{\delta_t^2}\right) \frac{\Delta_t}{\delta_t} \left(1 + \frac{\Delta_n}{\delta_n}\right) \quad (\text{III.6})$$

Les premières extensions d'un modèle cohésif à un chargement cyclique ont été menées avec une loi exponentielle pour simuler la propagation de fissure dans le domaine de Paris, Roe et Siegmund [222]. Une variante du modèle de Xu et Needleman [214] est proposée, faisant intervenir une variable d'accumulation plastique pour contrôler la fissuration, améliorée par Sun et al [223], Maiti et al [224]. La méthode de la zone cohésive a été validée sur plusieurs cas de calcul et procure des résultats proches de l'expérience sous chargement monotone et maintenant cyclique. Elle semble reposer sur deux à trois paramètres à identifier. De ce fait, elle entrerait dans le cahier des charges de cette étude par la simplicité et par son efficacité.

III.3.1.2. Application sous Abaqus

Initialement introduits pour modéliser des joints entre des surfaces ou entre les différentes couches des matériaux composites, les éléments cohésifs sont présents sous le logiciel de calcul par éléments finis Abaqus. Il n'est donc pas nécessaire de développer une UEL, une subroutine Fortran 77 permettant de définir de nouveaux éléments sous Abaqus. L'utilisation est grandement simplifiée. Cette méthode repose sur des éléments dits cohésifs et illustrés par la figure III.9. Ils sont composés de deux parties : une partie supérieure et une partie inférieure.

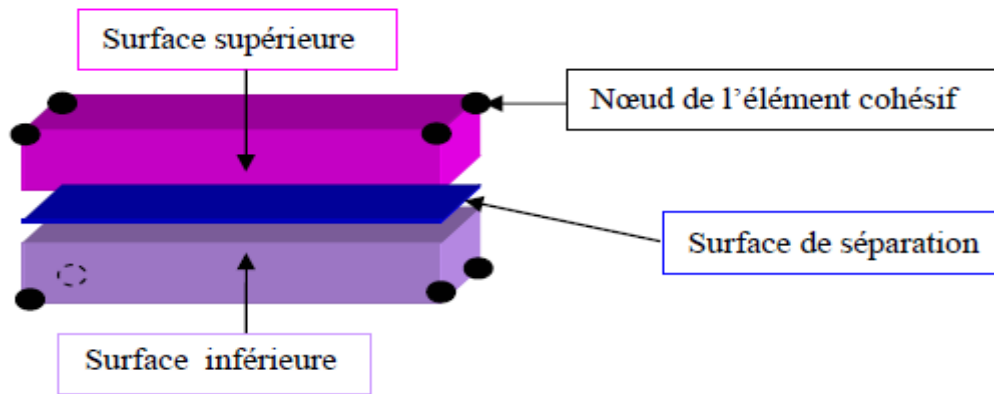


Figure III.9 : Schématisation d'un élément cohésif.

Les éléments cohésifs sont surtout employés sous Abaqus pour modéliser des interfaces, des joints, des adhésifs et occasionnellement pour la rupture de matériaux. La procédure permettant l'utilisation de la méthode de la zone cohésive est dissociée en deux phases. Dans un premier temps, la loi de contrôle ou plus exactement la loi de comportement associée aux éléments cohésifs est renseignée. Le comportement de ces éléments dépend de leurs applications et demande des hypothèses sur l'état de déformation et de contrainte propres au problème posé. L'option convenant le mieux à notre étude est nommé « Traction séparation ». Elle apparaît explicitement dans des publications comme Anvari et al. [225]. Elle est normalement utilisée lors de l'étude de matériaux composites lors de la modélisation de joint de colle où la couche de colle a une épaisseur très faible voire quasi nulle. Les propriétés du matériau ne s'obtiennent pas directement et nécessitent l'usage de la mécanique de la rupture. Il est possible d'associer une loi d'initiation et de propagation de la fissure lors de calculs implicites. Rappelons les différences qui existent entre ces deux types de calcul qui correspondent à deux types de résolution différents sous Abaqus.

- **Les méthodes explicites** exigent une petite taille d'incrément de temps qui dépend seulement du modèle en lui-même, du maillage et est indépendant du type et de la durée de chargement. Les simulations prennent généralement de l'ordre de 10.000 à 1.000.000 incréments, mais le coût par incrément est relativement faible. Les équations sont directement résolues à l'instant t .
- **Les méthodes implicites** n'imposent pas de limitation sur la taille d'incrément de temps ; la taille d'incrément est généralement déterminée à partir des considérations d'exactitude et de convergence. Les simulations implicites requièrent un nombre d'incrément moins important que les simulations explicites. Dans ce cas, les valeurs des grandeurs comme les contraintes, les déformations au pas $(t+1)$ sont déterminées à partir

des valeurs au pas t . Ainsi, il est nécessaire de résoudre un système d'équations non linéaires ce qui augmente considérablement le coût en temps par incrément d'une méthode implicite par rapport à une méthode explicite. Cependant, elle présente l'avantage d'être inconditionnellement stable dans le temps, c'est-à-dire que le calcul convergera toujours mais avec des temps de calcul plus ou moins longs.

Plus d'un critère de rupture peut être associé au calcul. Un critère se décompose en deux étapes : l'amorçage et la propagation.

- **L'amorçage**

Comme le nom l'indique, cette étape correspond au début de l'endommagement. Il commence lorsque les contraintes ou les déformations satisfont un critère d'initiation. Cette phase n'est en aucun cas associée à une loi de propagation et ne modélise pas le processus d'endommagement. Il existe plusieurs critères, introduisant des composantes de référence du vecteur contraintes σ_i^0 , contraintes dans le cas d'un chargement suivant une direction unique i , et les déformations ε_i^0 correspondantes.

Les indices n et t , s indiquent respectivement les directions normales et transversales.

$$\text{Contrainte nominale maximale : } \max \left\{ \frac{\langle \sigma_n \rangle}{\sigma_n^0}, \frac{\sigma_s}{\sigma_s^0}, \frac{\sigma_t}{\sigma_t^0} \right\} = 1$$

$$\text{Déformation nominale maximale : } \max \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_n^0}, \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s^0}, \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_t^0} \right\} = 1$$

$$\text{Forme quadratique des contraintes nominales : } \left\{ \frac{\langle \sigma_n \rangle}{\sigma_n^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\sigma_s}{\sigma_s^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\sigma_t}{\sigma_t^0} \right\}^2 = 1$$

$$\text{Forme quadratique des déformations nominales : } \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_n^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_t^0} \right\}^2 = 1$$

- **Evolution de l'endommagement**

La loi d'évolution de l'endommagement décrit le pourcentage de dégradation du matériau dans l'épaisseur lorsque le critère d'initiation est atteint. Une variable D , caractérisant l'endommagement et les contraintes nominales effectives est introduite :

$$\bar{\sigma} = \frac{\sigma}{1 - D}$$

De même, un déplacement effectif δ_n apparaît lors de chargements en mode mixte.

$$\delta_m = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_s^2 + \delta_t^2}$$

De nombreuses options doivent être renseignées pour caractériser l'évolution de la variable d'endommagement. La valeur de la différence entre le déplacement effectif à la rupture et celui à l'amorçage est à indiquer, ainsi que la forme, linéaire ou exponentielle, de l'évolution de la variable d'endommagement en fonction du déplacement effectif.

➤ Linéaire :
$$D = \frac{\delta_m^f (\delta_m^{\max} - \delta_m^0)}{\delta_m^{\max} (\delta_m^f - \delta_m^0)}$$

avec δ_m^0 la valeur du déplacement initiale, δ_m^f la valeur du déplacement effectif à la rupture et δ_m^{\max} la valeur maximale du déplacement atteinte au cours du chargement.

➤ Exponentielle :
$$D = 1 - \left\{ \frac{\delta_m^0}{\delta_m^{\max}} \right\} \left[1 - \frac{1 - \exp\left(-\alpha \left(\frac{\delta_m^{\max} - \delta_m^0}{\delta_m^f - \delta_m^0} \right)\right)}{1 - \exp(-\alpha)} \right]$$

avec α un paramètre sans dimension qui traduit le taux d'endommagement.

La deuxième phase de l'implémentation est le maillage de la structure. Des éléments COH3D8, c'est-à-dire des éléments cohésifs en trois dimensions avec 8 noeuds, sont utilisés. Ces éléments doivent être créés entre deux couches d'éléments continus. Il ne faut qu'une seule couche d'éléments cohésifs. D'un point de vue pratique, il est conseillé de créer des contacts de type « Tie » entre les surfaces supérieures / inférieures des éléments cohésifs et les surfaces des éléments continus. C'est une interaction comme dans le cas de « Debond » mais qui ici permet de coller deux maillages totalement différents. Cette technique est très souvent employée pour réduire les temps de calcul tout en maillant finement une zone de la géométrie pour obtenir des résultats précis.

Le « Tie » nécessite de définir deux surfaces (figure III.10) :

- La surface dite maître est maillée grossièrement et correspond aux éléments continus ;
- La surface dite esclave est maillée finement et correspond aux éléments cohésifs.

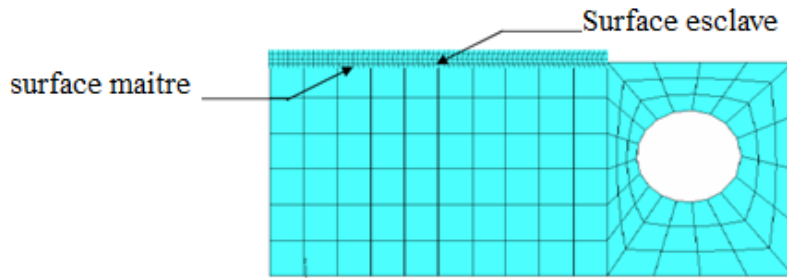


Figure III.10 : Création d'un contact « Tie » entre deux surfaces et exemple d'un maillage utilisant ce type de contact.

Les résultats sont beaucoup plus précis dans le cas où le maillage de la zone cohésive est plus fin. Cependant, il est toujours possible de garder un maillage standard où les éléments cohésifs partagent des nœuds avec les éléments adjacents. Il faut correctement définir l'orientation des éléments cohésifs (figure III.11) : c'est elle qui impose la direction de l'épaisseur de l'interface et permet de différencier les comportements tangentiels et normaux. Dans l'épaisseur, la zone cohésive ne peut être maillée que par un seul élément. Contrairement aux éléments de type joint, les éléments cohésifs ont une épaisseur initiale non nulle.

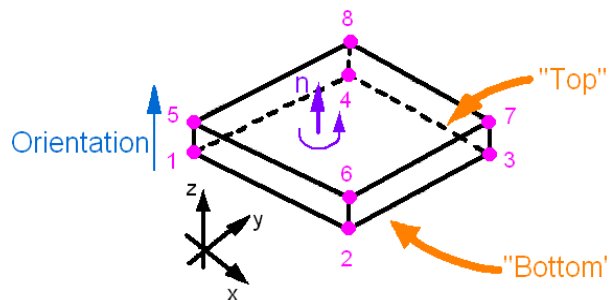


Figure III.11 : Géométrie d'un élément cohésif 3D (Abaqus™ 2009[226]).

▪ **Calcul de la matrice de rigidité**

Le comportement élastique de l'interface est décrit par :

$$\{t\} = \begin{Bmatrix} t_n \\ t_t \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{nn} & K_{nt} \\ K_{tn} & K_{tt} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_n \\ \varepsilon_t \end{Bmatrix} = K\varepsilon \quad (\text{III.7})$$

avec $\{t\}$: le vecteur des contraintes nominales $t_n = \frac{F_n}{A}$ et $t_t = \frac{F_t}{A}$

et, F : la force appliquée sur l'élément ;

A : l'aire de départ de l'élément ;

$\{\varepsilon\}$: Le vecteur des déformations nominales le long de l'interface $\rightarrow \varepsilon_n = \frac{\Delta_n}{e}$ et $\varepsilon_t = \frac{\Delta_t}{e}$

Avec Δ : le déplacement relatif des bords de l'élément ;
 e : l'épaisseur de départ de l'élément ;

[K] : la matrice constitutive élastique des rigidités

$$\rightarrow K = E/e \quad (E : \text{Module d'élasticité})$$

K_{nt} et K_{tn} valent 0 s'il n'y a pas de couplage (thermique ou autre)

n et t : respectivement la direction normale et la direction tangentielle.

Le but de la zone cohésive est de représenter une zone interfaciale d'épaisseur infiniment faible et donc de raideur infinie. Numériquement, cela n'est pas représentable sous peine de difficultés de convergence, voire de non-convergence des calculs. Il faut donc que l'épaisseur de la couche cohésive soit la plus petite possible dans les limites acceptables de résolutions numérique du code de calcul. Ces limites sont fonction des dimensions du modèle. En choisissant une zone cohésive de faible épaisseur, sa raideur normale est largement supérieure à celle des autres éléments. Toutefois, dans le cas d'un essai de cisaillement, c'est la raideur tangentielle qui est importante.

L'épaisseur de la zone cohésive influence directement la raideur du matériau (équation III.8). Théoriquement, une interface d'épaisseur nulle a une raideur infinie mais pour des raisons de convergence, cela n'est pas représentable lors de calculs numériques. Il est donc préconisé de considérer l'épaisseur "la plus faible possible" qui permet aux calculs de converger.

$$\sigma_x = K_x \cdot \varepsilon_x \tag{III.8}$$

$$= K_x \cdot \left(\left[\begin{array}{c} u_x \\ e \end{array} \right] \right) = \frac{K_x}{e} \cdot [u_x] = C_x \cdot [u_x]$$

avec σ_x : la contrainte dans la direction x ($x = n, s$ ou t) ;

ε_x : la déformation dans la direction x ;

u_x : le déplacement dans la direction x ;

K_x : le module de déformabilité dans la direction x ;

$$K_x = E_x \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (E_x : \text{Module de Young, } \nu : \text{coefficient de Poisson})$$

e : l'épaisseur initiale de la zone cohésive ;

C_x : la raideur dans la direction x .

En résumé, l'implémentation se décompose de la manière suivante :

- Définition d'une loi de comportement pour les éléments cohésifs. Nous nous plaçons dans le cas d'une loi de traction séparation pour l'éprouvette maillée avec les éléments cohésifs car cette loi est recommandée par la documentation d'Abaqus lors de l'application des éléments à la mécanique de la rupture. De plus, plusieurs articles spécifient l'emploi d'une telle loi. Citons ainsi, à titre d'exemple, les travaux d'Anvari et al [226].
- Introduction d'un critère d'initiation et d'une loi d'évolution de l'endommagement, en entrant des valeurs critiques en déplacement et de loi d'évolution linéaire, équation III.8.
- Maillage de l'éprouvette avec des éléments cohésifs, COH3D8 et création d'une interaction « Tie ».

III.4. Présentation des différents modèles éléments finis (M.E.F)

Au vu de la symétrie du système, les modèles construits sont de type axisymétrique. Ils sont composés de trois parties : fibre, interface et matrice (figures III.12, 26, 39, et 43).

Les parties fibre et matrice sont composées d'éléments solides continus tandis que l'interface est représentée à l'aide d'éléments cohésifs. Les caractéristiques élastiques utilisées pour les différents constituants sont résumé dans le tableau III.1. Telle que, le module de Young de la matrice déterminé à partir d'un essai de flexion 3 point sur échantillon massif de résine seule. Le module de Young de la fibre, et les coefficients du poisson de la fibre, la matrice sont des données de la fiche technique de fournisseur :

Propriétés	Matrice époxy	Fibre de verre-E	Interphase
Module de Young	2,7 GPa	70 GPa	1.98 GPa
Coefficient de Poisson	0,35	0,25	0,35

Tableau III.1 : Les propriétés élastiques des différents constituants.

Le maillage est régulier sur toute la hauteur de l'éprouvette. En largeur, il se densifie au niveau de l'interface. Il n'y a qu'une maille dans l'épaisseur de la zone interfaciale (valable pour les différents modèles construits dans cette étude).

Remarque : les modèles que nous développons sont réalisés dans le même esprit que celui de Greszczuk et Large-Toumi, la géométrie et les conditions aux limites étant adaptées au cas du test de pull-out.

III.4.1. Géométrie et conditions aux limites du modèle 1

La face extérieure de la fibre est considérée encastrée, les nœuds sont bloqués en déplacement et en rotation, de même pour la partie supérieure de la matrice (figure III.12). L'essai consiste à appliquer une force de traction sur la surface supérieure de la fibre pour l'extraire de sa gaine constituée de matrice. L'essai est contrôlé en vitesse de déformation : nous imposons aux nœuds de la face supérieure du cylindre de la fibre de se déplacer de 0.10 mm/mn. Cette vitesse a été choisie pour correspondre aux essais de Greszczuk et Large-Toumi (de même pour les différents modèles).

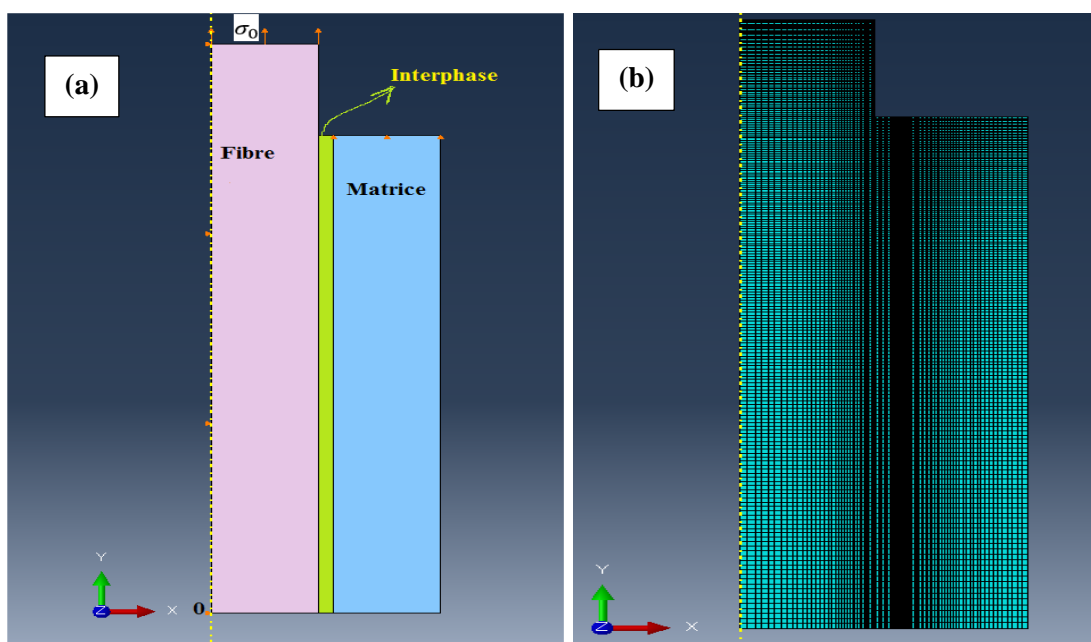


Figure III.12 : Modélisation de l'essai pull-out (a) et (b) maillage du modèle 1.

Dans l'essai pull-out, le calcul de la contrainte de cisaillement interfaciale est fondé sur l'hypothèse que la contrainte de cisaillement à l'interface est homogène le long de l'interface, mais en fait il ne l'est pas [227]. De nos jours, la répartition des contraintes dans l'interface ne peut être déterminée par des essais, de sorte que le calcul numérique est choisi pour cette étude. Dans Abaqus (MEF), les éléments cohésifs sont utilisés pour simuler l'interphase, dans lequel le dommage initial est défini par le critère de la contrainte maximale et l'évolution des dommages est définie par des critères énergétiques. La force de cohésion reflète précisément la force.

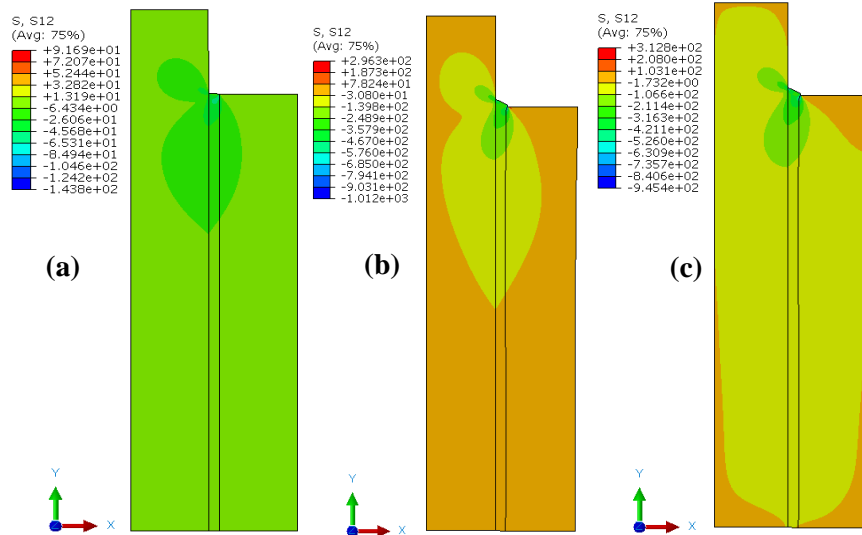


Figure III.13 : Répartition du champ de contraintes de cisaillement pour les différents déplacements appliqués : (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

Au début de l'essai, la contrainte de cisaillement est nulle tout le long des contacts. Elle augmente progressivement pour atteindre sa valeur maximale en t_D (temps de décohésion). Elle diminue ensuite pour s'annuler en t_R (temps de rupture), et la répartition des contraintes de cisaillement est représenté sur la figure III.13 pour les différents déplacements appliqués.

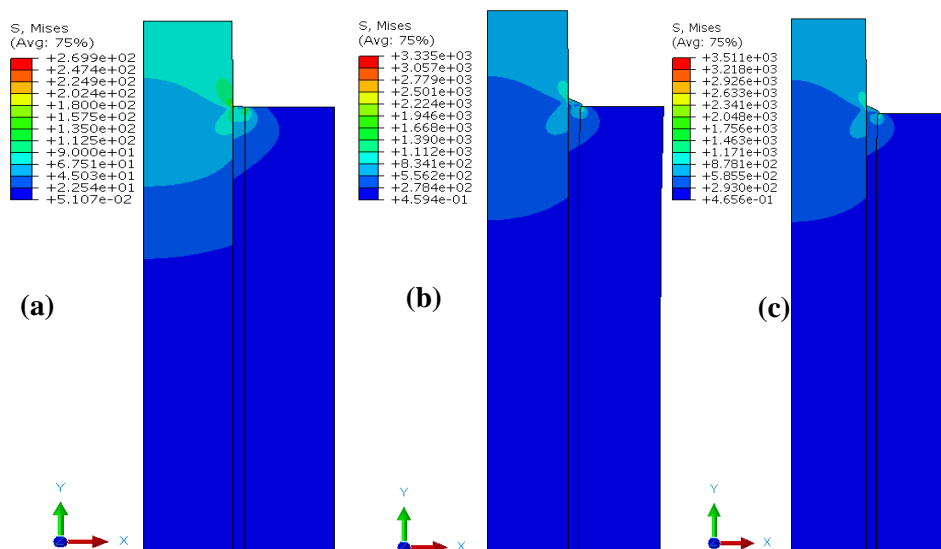


Figure III.14 : Répartition du champ de contraintes de Von-Mises pour les différents déplacements appliqués : (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

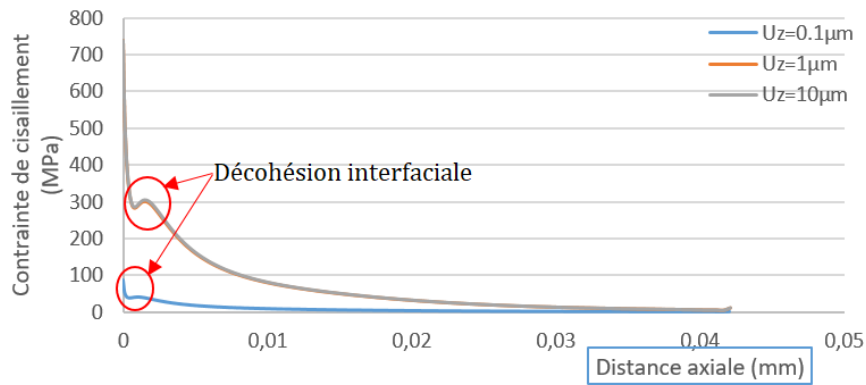


Figure III.15 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacements appliqués, $U_z = 0.1, 1$ et $10 \mu\text{m}$.

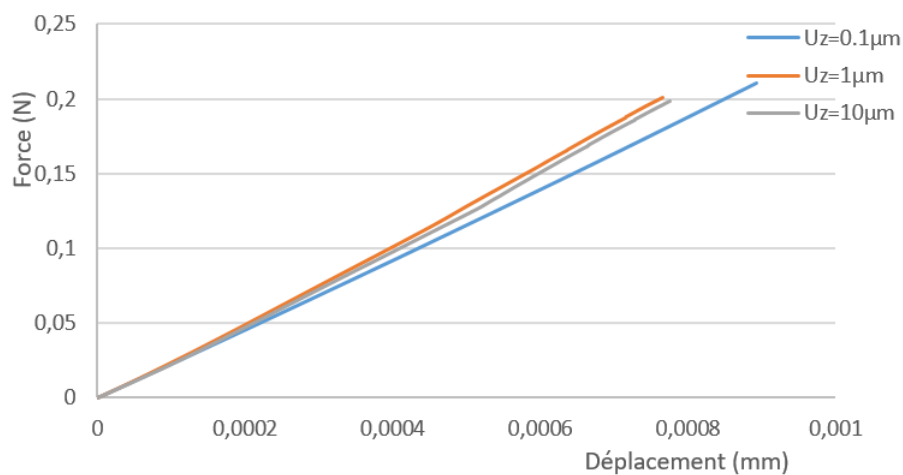


Figure III.16 : Courbe force-déplacement pour différents déplacements appliqués, $U_z = 0.1, 1$ et $10 \mu\text{m}$.

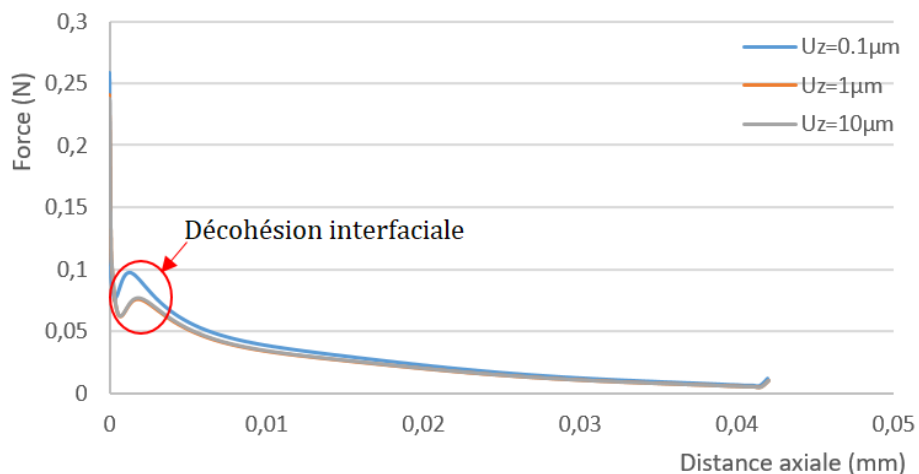


Figure III.17 : Force en fonction de la distance axiale pour différents déplacements appliqués, $U_z = 0.1, 1$ et $10 \mu\text{m}$.

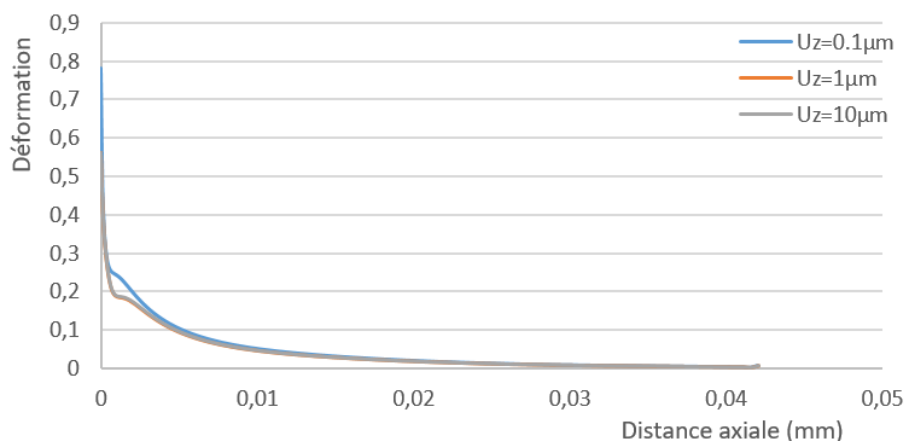


Figure III.18 : La déformation en fonction de la distance axiale pour différents déplacements appliqués, $U_z = 0.1, 1, \text{ et } 10 \mu\text{m}$.

Déplacement appliqué U_z (μm)	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
0.1	0.21	113.73
1	0.2	108.32
10	0.19	102.91

Tableau III.2 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués.

D'après les valeurs de la contrainte moyenne, et de la force maximale calculées pour le modèle 1, les valeurs maximales de ces dernières est obtenu pour un déplacement appliqué le plus faible ($0.1 \mu\text{m}$) (tableau III.2), de plus c'est valeurs diminue avec l'augmentation de déplacement appliqué. Par contre, les valeurs des contraintes de cisaillement et de Von-Mises augmentent en fonction des déplacements appliqués (figures.III.13, et III.14).

La force de traction verticale se répartit sur la surface de chargement et est induite par le chargement à vitesse constante. Sa valeur augmente jusqu'à t_D puis diminue pour s'annuler en t_R . Au sein de la zone cohésive, l'effort de traction reste nul.

La contrainte dans l'interface indique que celle-ci est en traction durant tout l'essai. Sa valeur augmente, à partir de son sommet, jusqu'au temps t_D . Par la suite elle diminue pour qu'en t_R l'interface soit totalement relâchée, lorsque l'interface perd son adhésion (désadhérée), elle n'est plus soumise à des sollicitations normales. D'après l'analyse des différents modèles analytiques présenté au chapitres III, et l'hypothèse posée que la contrainte de cisaillement a l'interface est constante tout au long de cette interface, les résultats de nos modélisations affirment que les contraintes ne sont pas homogènes le long de cette dernière.

Chapitre III : Modélisations aux Eléments Finis de Test Pull-Out

La contrainte tangentielle progresse le long de l'interface jusqu'en t_D où elle est maximale. Elle diminue ensuite linéairement pour s'annuler en t_R .

La déformation normale de l'interface montre qu'elle s'allonge de plus en plus jusqu'en t_D , pour ensuite se relâcher et s'annuler en t_R (figure III.18), après la rupture de l'échantillon, l'interface n'est plus déformée normalement. La déformation tangentielle augmente dans l'interface tout au long de l'essai.

Les efforts déployés dans les deux cas (expérimental et modélisation) peuvent être comparés l'un à l'autre. Il est cependant plus exact de comparer les contraintes mises en jeu. Les contraintes de décohésion et de rupture interfaciale sont respectivement calculées à partir des mesures de F_d et F_{max} à l'aide des expressions III.9 et III.10 :

$$\tau_d = \frac{F_d}{\pi.D.L} \quad (III.9)$$

$$\tau_{max} = \frac{F_{max}}{\pi.D.L} \quad (III.10)$$

	Force de décohésion F_d (N)	Force maximale F_{max} (N)	Contrainte de décohésion τ_d (MPa)	Contrainte maximale τ_{max} (MPa)	Raideur C (N/mm)
Expérimental	36	68	3.23	5.67	237
Modèle	0.87	2.4	0.08	0.22	33

Tableau III.3 : Paramètres représentatifs des courbes expérimentales [112, 198] et du modèle.

L'effort déployé pour atteindre la rupture dans le modèle est beaucoup plus faible que dans le cas expérimental (tableau III.3). La modélisation numérique visait la mise au point d'une méthode pour simuler correctement le comportement mécanique des interfaces en cisaillement pur notamment (essais pull-out). A cette fin, une étude paramétrique est menée, pour analyser l'influence de ces paramètres sur le comportement des interfaces.

Pour obtenir des résultats conformes avec une simulation numérique, il est nécessaire d'introduire les bons paramètres des matériaux et de l'interface. C'est pour cette raison que dans la suite de ce travail plusieurs modèles (configurations) sont construits en prenant en considération plusieurs paramètres dans les simulations à savoir l'épaisseur de l'interface, la matrice et de la fibre, le frottement, etc...

III.4.1.1. Application du frottement dans le modèle 1

Pour voir l'influence du frottement dans notre modélisation nous avons intégré un coefficient de frottement au niveau de la zone cohésive avec différents valeurs, $\mu=0.1, 0.25, 0.35$ et 0.5 , en fixant le déplacement appliqué, $U_z=1\mu\text{m}$ dans le modèle 1.

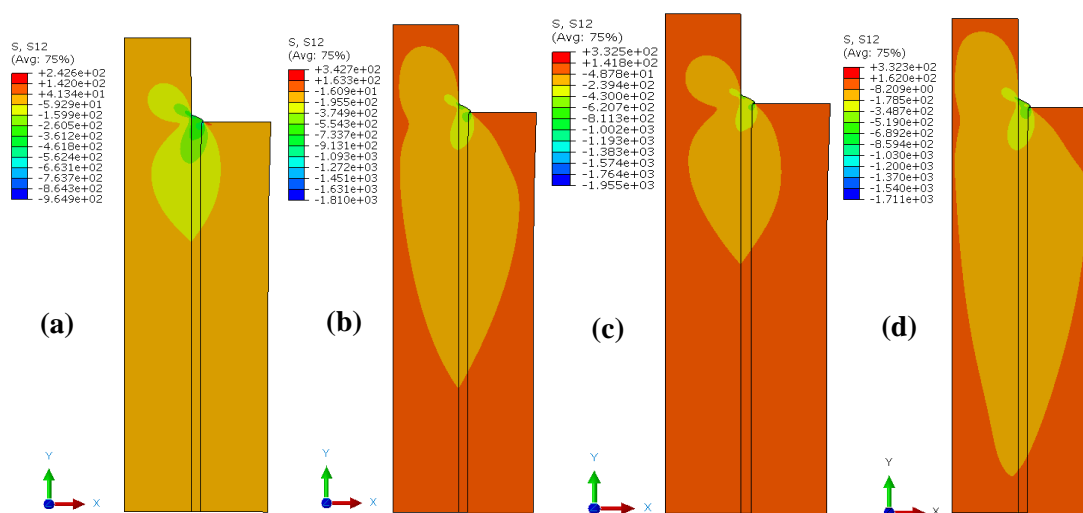


Figure III.19 : Répartition du champ de contraintes de cisailment pour les différents coefficients de frottement appliqués : (a) $\mu=0.1$, (b) $\mu=0.25$, (c) $\mu=0.35$ et (d) $\mu=0.5$.

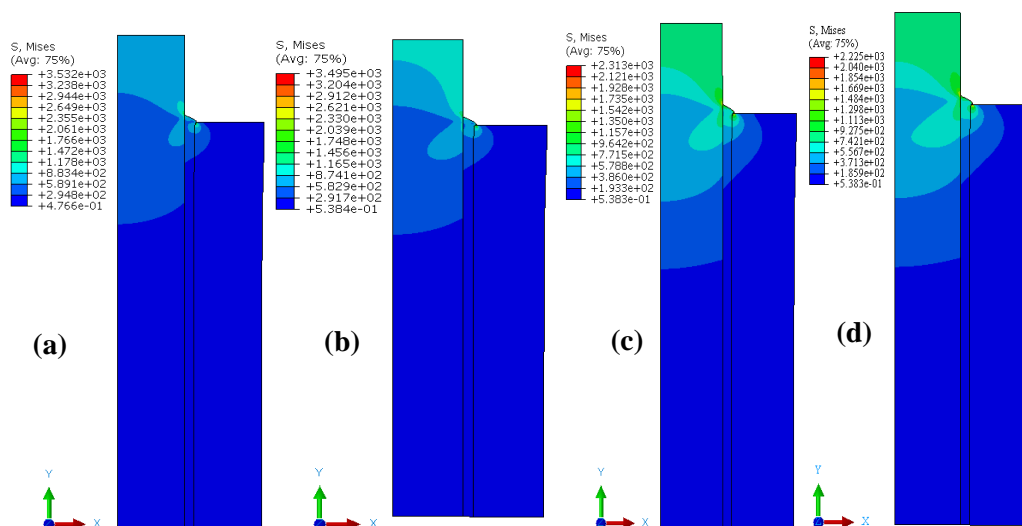


Figure III.20 : Répartition du champ de contraintes de Von-Mises pour les différents coefficients de frottement appliqués : (a) $\mu=0.1$, (b) $\mu=0.25$, (c) $\mu=0.35$ et (d) $\mu=0.5$.

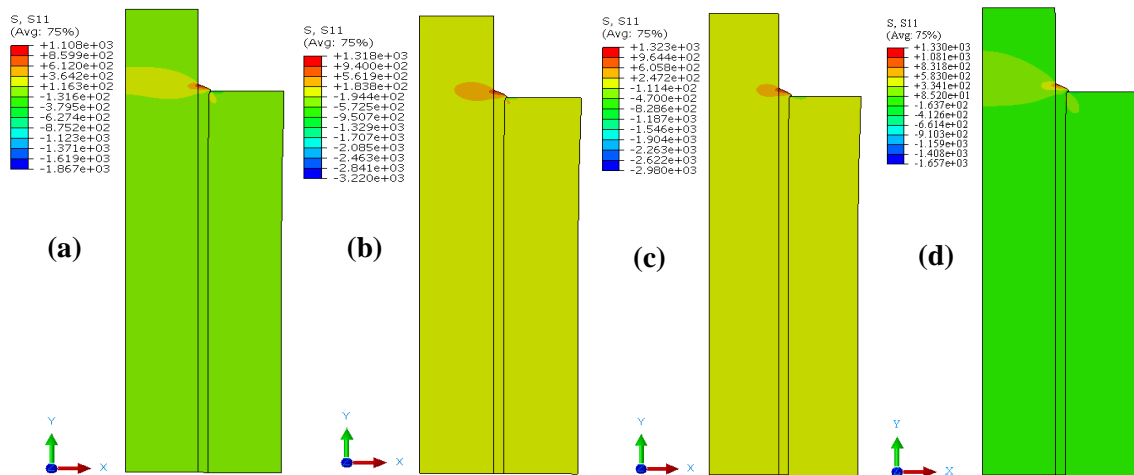


Figure III.21 : Répartition du champ de contraintes normales pour les différents coefficients de frottement appliqués : (a) $\mu=0.1$, (b) $\mu=0.25$, (c) $\mu=0.35$ et (d) $\mu=0.5$.

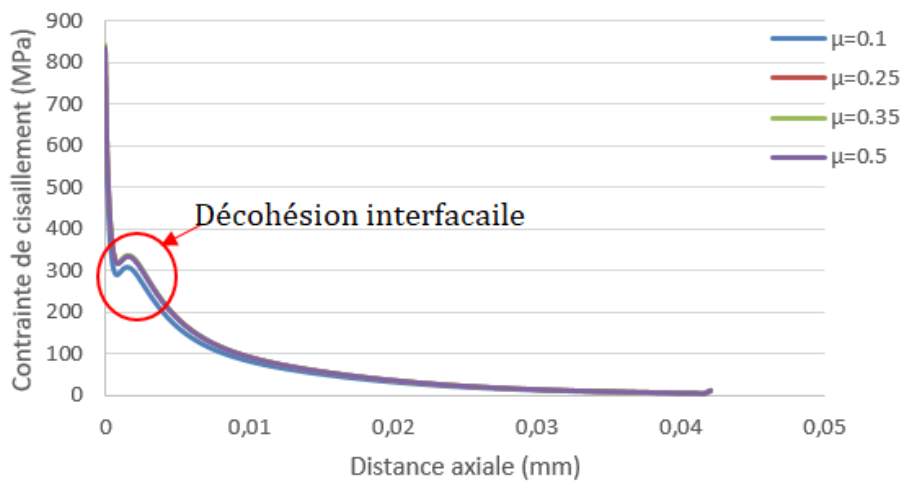


Figure III.22 : Contrainte de cisaillement le long de la distance axiale pour les différents coefficients de frottement appliqués.

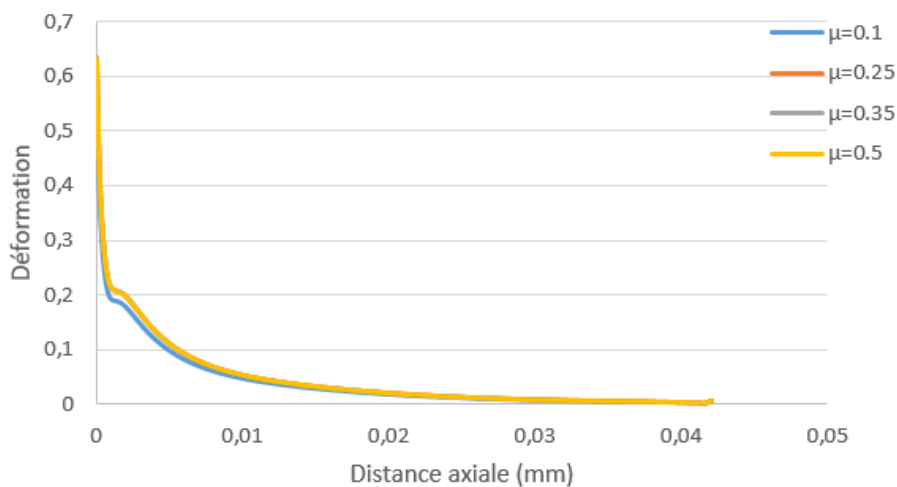


Figure III.23 : La déformation en fonction de la distance axiale pour un frottement $\mu=0.1$, 0.25, 0.35 et 0.5.

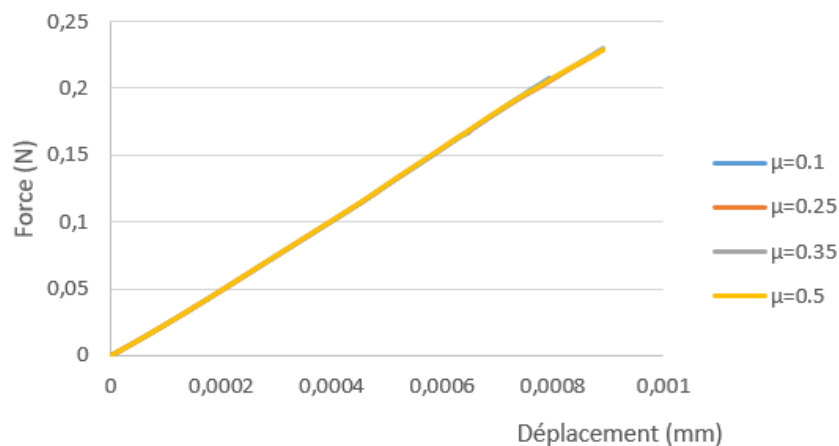


Figure III.24 : Courbe force-déplacement pour un frottement de $\mu=0.1$, $\mu=0.25$, $\mu=0.35$ et $\mu=0.5$.

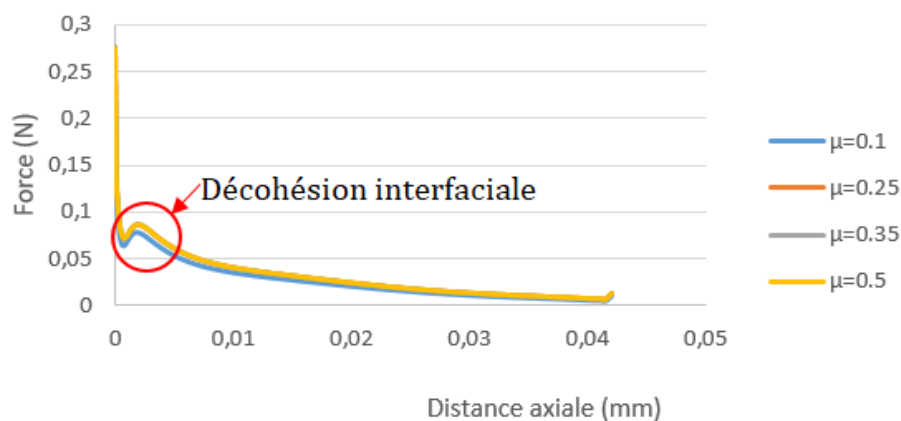


Figure III.25 : Force en fonction de la distance axiale pour un frottement de $\mu=0.1$, $\mu=0.25$, $\mu=0.35$ et $\mu=0.5$.

Déplacement appliqué U_z (μm)	Coefficient de frottement μ	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
1	0.1	0.21	113.74
1	0.25	0.22	119.15
1	0.35	0.23	124.57
1	0.5	0.23	124.57

Tableau III.4 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents coefficients de frottement μ pour un déplacement appliqué de $1\mu\text{m}$.

Pour l'application des différents coefficients de frottement $\mu=0, 0.1, 0.25, 0.35$, et 0.5 , nous remarquons une légère augmentation des contraintes moyennes et de la force maximale mais au-delà d'une valeur de coefficient de frottement égale à 0.35 , nous remarquons une stabilisation dans les valeurs de contraintes moyennes et de la force maximale (tableau III.4).

La répartition du champ des contraintes de cisaillement et des contraintes normales présentée dans les figures III.19 et III.21, montre une légère variation de valeurs pour ces derniers. Par contre la répartition du champ des contraintes de Von-Mises montre une diminution des valeurs de contraintes avec l'augmentation de coefficient de frottement (figure III.20). La contrainte de Von-Mises inversement proportionnelle au coefficient de frottement (le frottement affecte la contrainte de Von-Mises).

III.4.2. Géométrie et conditions aux limites du modèle 2

Pour le modèle 2 (figure III.26) nous utilisons la même géométrie que le modèle ,1 avec une différence dans les conditions aux limites appliquées. La face extérieure de la fibre est considérée encastree, les nœuds sont bloqués en déplacement et en rotation, de même pour la matrice sauf que la partie supérieure de la matrice est libre.

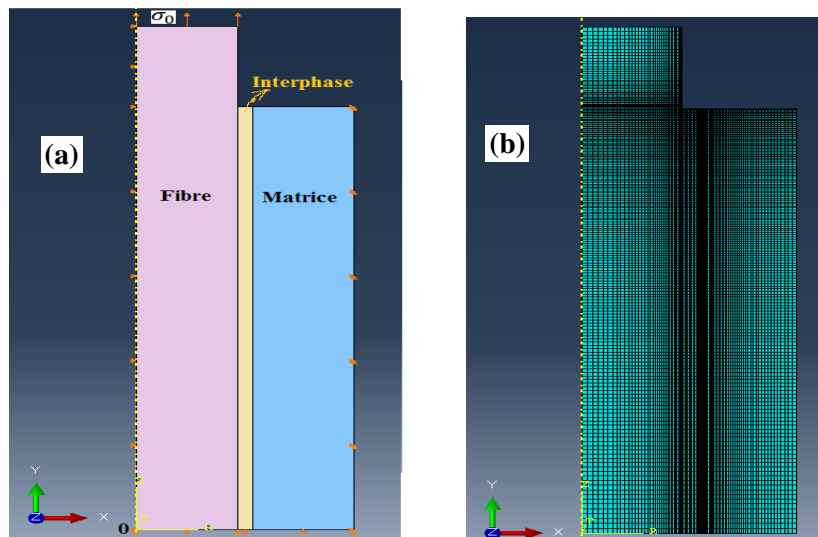


Figure III.26 : (a) Modélisation de l'essai pull-out, (b) maillage du modèle 2.

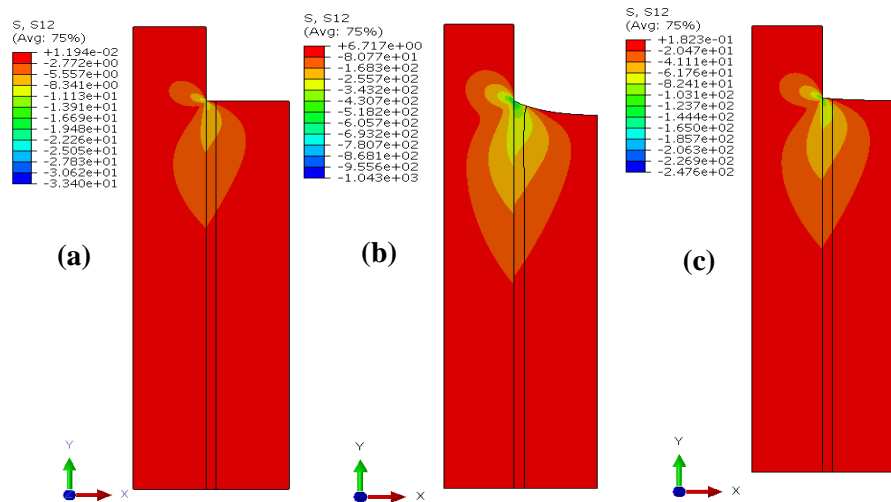


Figure III.27 : Répartition des contraintes de cisaillement pour différents déplacements appliqués : (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

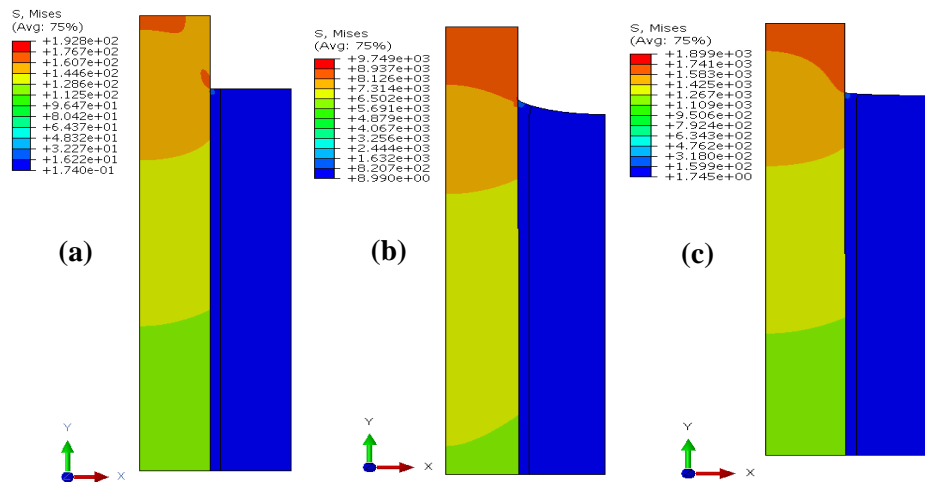


Figure III.28 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour différents déplacements appliqués, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, et (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

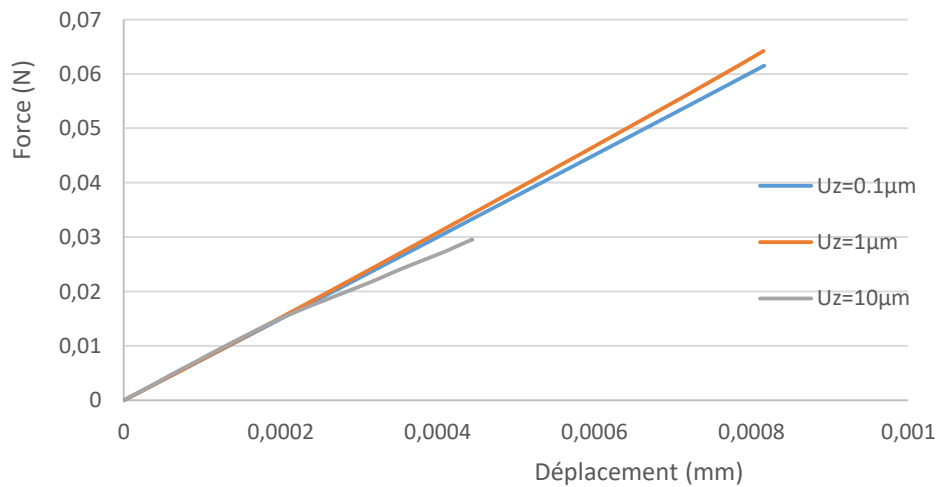


Figure III.29 : Courbe force-déplacement pour différents déplacements appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$.

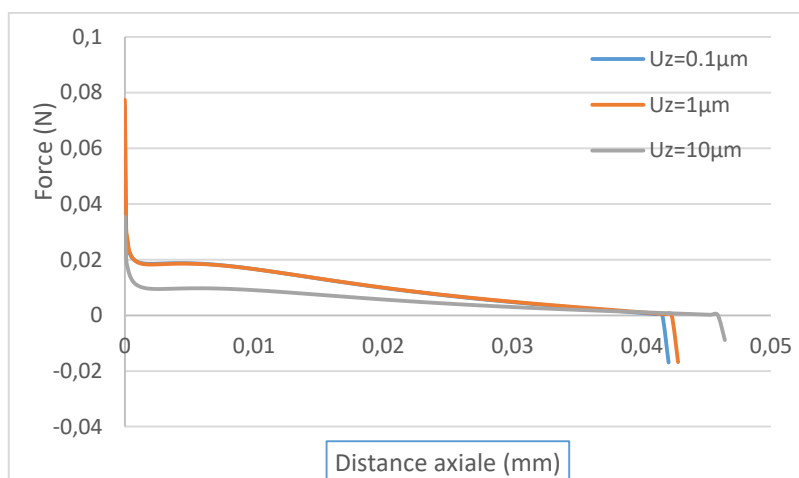


Figure III.30 : Force en fonction de la distance axiale pour différents déplacement appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$.

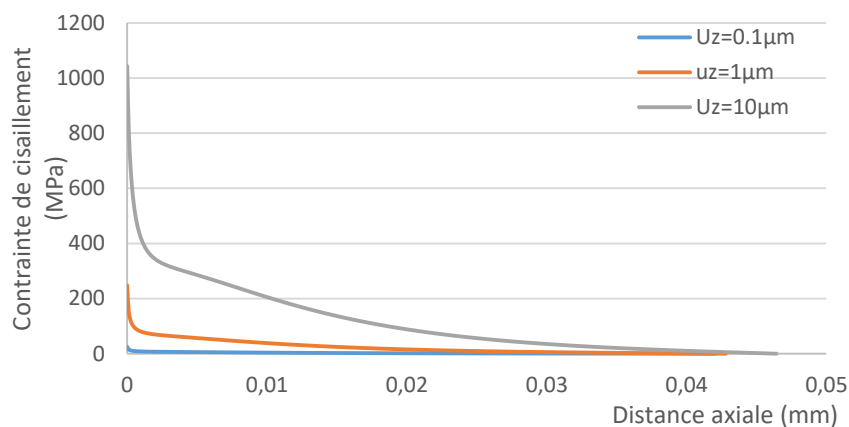


Figure III.31 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacements appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$.

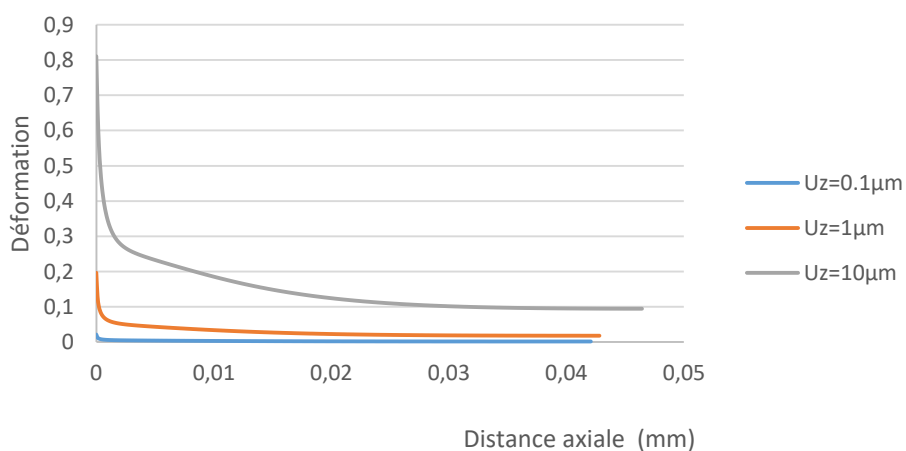


Figure III.32 : La déformation le long de la distance axiale pour différents déplacements appliqués $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$.

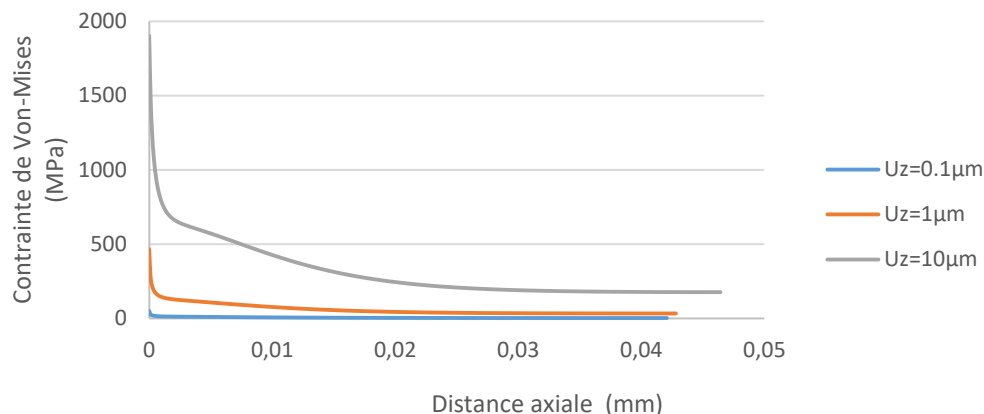


Figure III.33 : La contrainte de Von-Mises le long de la distance axiale pour différents déplacements appliqués.

Les valeurs de la contrainte moyenne, et de la force maximale mesurées pour le modèle 2, montrent que c'est dernière proportionnellement au déplacement appliqué (tableau III.5). Les valeurs maximales sont obtenues pour un déplacement appliqué le plus grand ($10\mu\text{m}$). Les figures III.27, et III.28 respectivement, montrent une diminution des valeurs des contraintes de cisaillement et de Von-Mises trouvées dans le modèle 2, par rapport aux celle trouvées dans le modèle 1. Ce qui indique l'influence des conditions aux limites sur les résultats de notre modélisation.

Déplacement appliqué U_z (μm)	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
0.1	0.061	33.04
1	0.064	35
10	0.29	157

Tableau III.5 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués.

III.4.2.1. Application du frottement au modèle 2

Pour voir l'influence du frottement sur le modèle 2 nous avons intégrés un coefficient de frottement, $\mu=0.1$, et 0.5 , en fixant le déplacement appliqué, $U_z=1\mu\text{m}$.

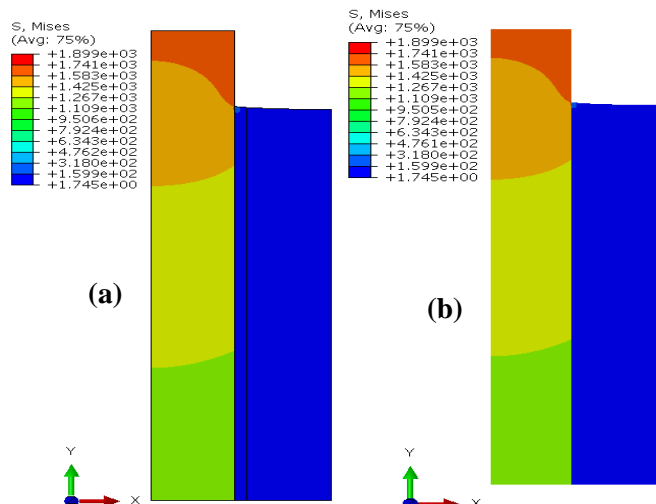


Figure III.34 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour un déplacement appliqué, $U_z=1\mu\text{m}$, et des coefficients de frottement (a) $\mu=0.1$ et (b) $\mu=0.5$.

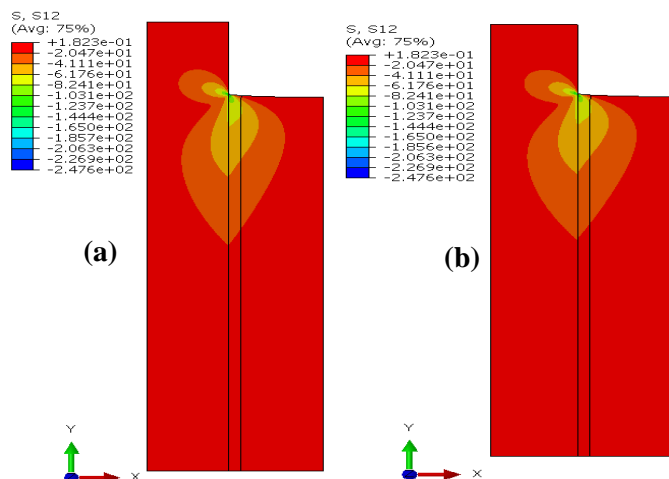


Figure III.35 : Répartition du champ de contraintes de cisaillement pour des coefficients de frottement (a) $\mu=0.1$, et (b) $\mu=0.5$.

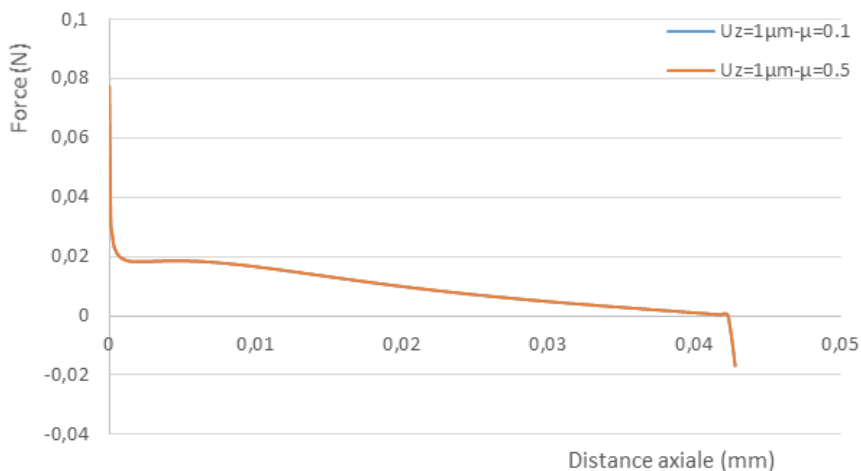


Figure III.36 : Force en fonction de la distance axiale pour un déplacement appliqué $U_z=1\mu\text{m}$, et différents coefficients de frottement $\mu=0.1$ et $\mu=0.5$.

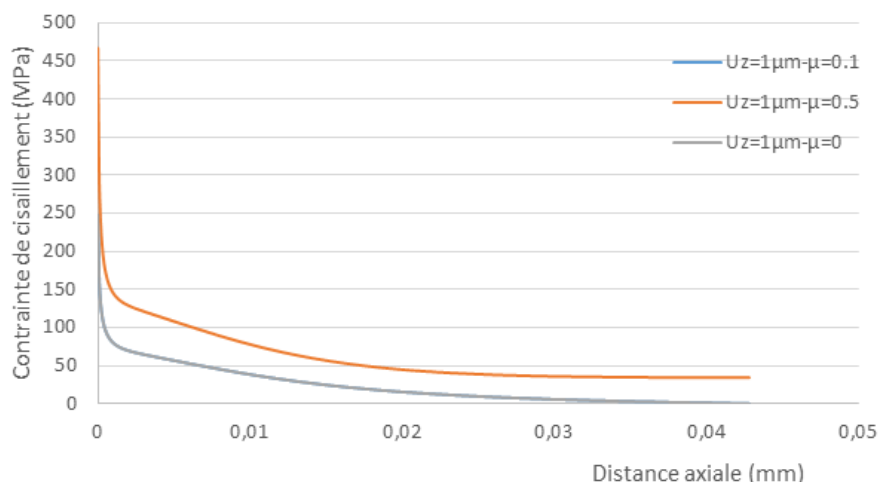


Figure III.37 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour des coefficients de frottement $\mu=0.1$ et $\mu=0.5$.

D'après le tableau III.6, les valeurs de la contrainte moyenne, et de la force maximale obtenues pour le modèle 2, pour les coefficients de frottement $\mu=0.1$ et $\mu=0.5$, et un déplacement appliqué $U_z=1\mu\text{m}$, sont égaux. Ce qui n'implique pas d'influence de frottement dans le cas du modèle 2.

Déplacement appliqué U_z (μm)	Frottement	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
1	0.1	0.064	35
1	0.5	0.064	35

Tableau III.6 : Force et contrainte moyenne calculés pour les différents Coefficients de frottement et un déplacement appliqué.

La distribution des contraintes de Von-Mises et des contraintes de cisaillement présentes le même profil et les mêmes valeurs de contraintes pour les différents coefficients de frottement (figures III.34 et III.35).

L'effet du coefficient de frottement (μ) est représenté sur la figure III.38 ; le rapport de la force de traction sur la force de défibrage (relative stress) y est tracé en fonction de la position du front de la fissure interfaciale (pour $z=100\% L$, la fissure a une longueur nulle : c'est le début de défibrage). Or, lors des essais réalisés par Grezczuk et Large-Toumi [112, 198], nous constatons toujours une chute brutale de la force au moment du défibrage, la valeur résiduelle de celle-ci n'étant que de quelques % de la valeur initiale et évoluant peu par la suite. Une telle évolution de la force après le pic de la courbe de traction se rapproche de courbes obtenues par Palley et Stevans (figure III.38) pour de faibles coefficients de frottement ($\mu=0$ ou 10%) ; pour

l'exploitation ultérieure de nos résultats numériques, nous pourrions donc négliger le frottement interfacial vu les valeurs de la force maximale F_{max} et de la contrainte moyenne τ_{moy} obtenus pour les différents modélisations. L'obtention d'un coefficient de frottement interfacial faible pour un système carbone-époxy a d'ailleurs déjà été mise en évidence par Piggott et al 1985 [156], et Palley et Stevans 1989 [182] dans des essais de pull-out.

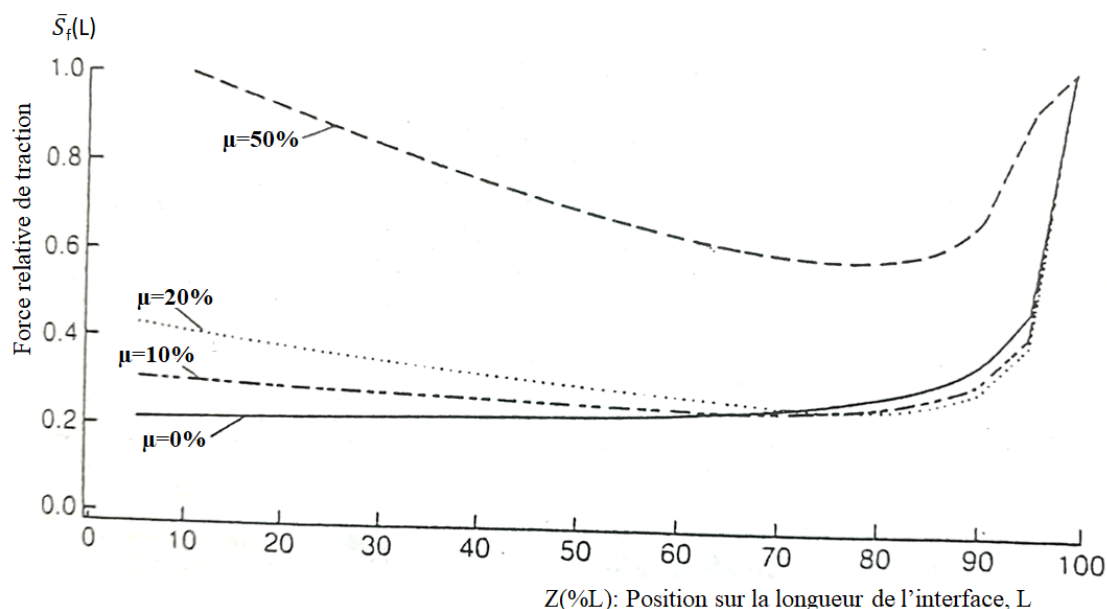


Figure III.38 : Evolution de la force relative de traction (S_f) en fonction de la position du front de fissure (z) : influence du frottement interfacial (μ) - Palley et Stevans (1989) [182].

III.4.3. Géométrie et conditions aux limites du modèle 3 avec congé

Pour le modèle 3 (figure III.42) c'est la même géométrie avec le modèle 2, juste nous avons introduit un congé de rayon $R_c=0.02\mu\text{m}$ (pour éliminer les effets de bord dans notre modèle), et même conditions aux limites appliqués, avec des déplacements appliqués, $U_z=0.1, 1$ et $10\mu\text{m}$.

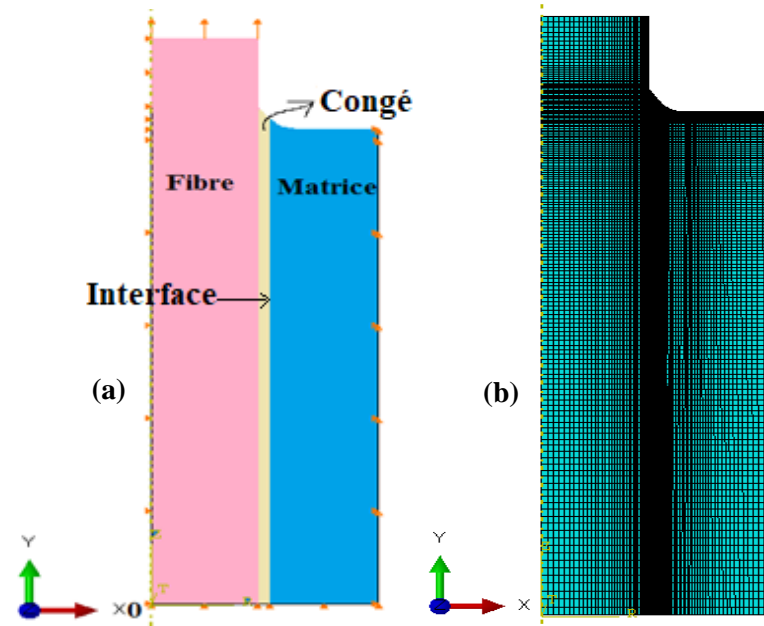


Figure III.39 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 3.

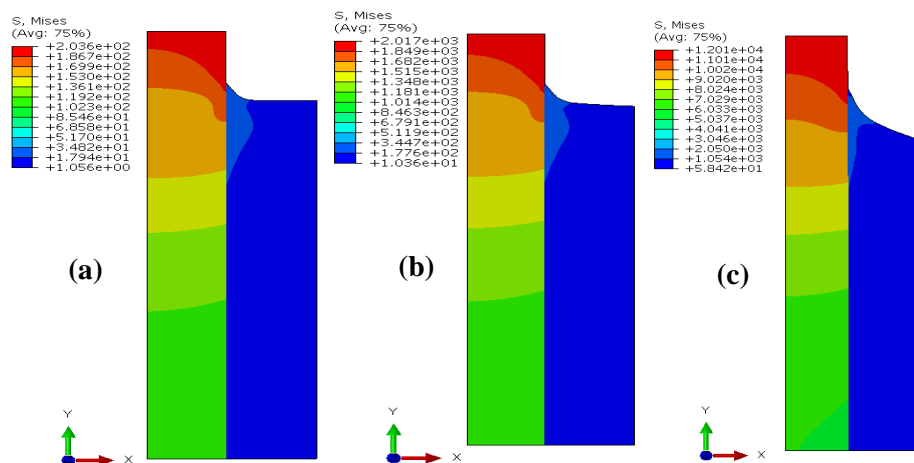


Figure III.40 : Répartition du champ des contraintes de Von-Mises pour différents déplacements appliqués, (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, (c)- $U_z=10\mu\text{m}$.

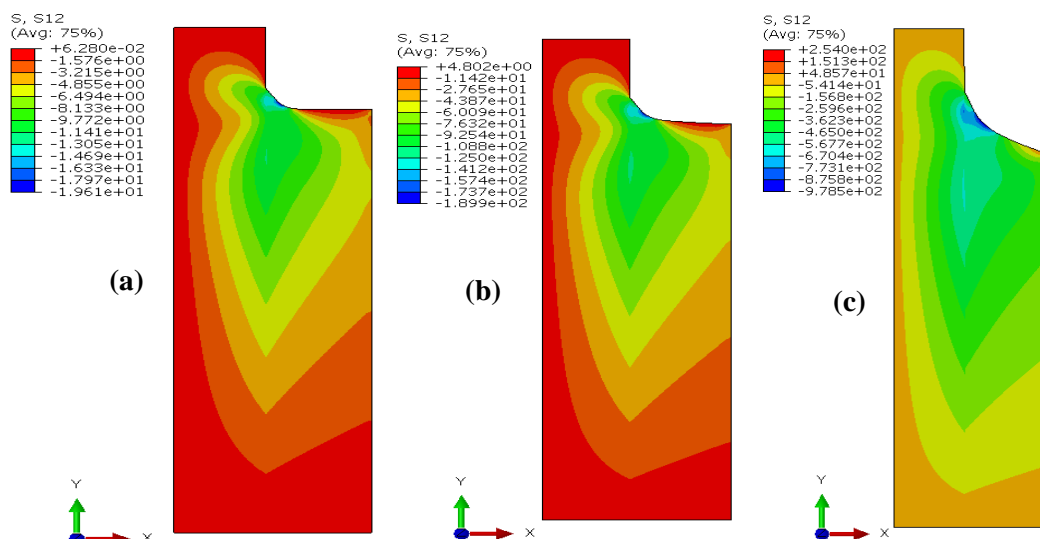


Figure III.41 : Répartition du champ des contraintes de cisaillement pour différents déplacement appliqué, (a)- $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b)- $U_z=1\mu\text{m}$, (c)- $U_z=10\mu\text{m}$.

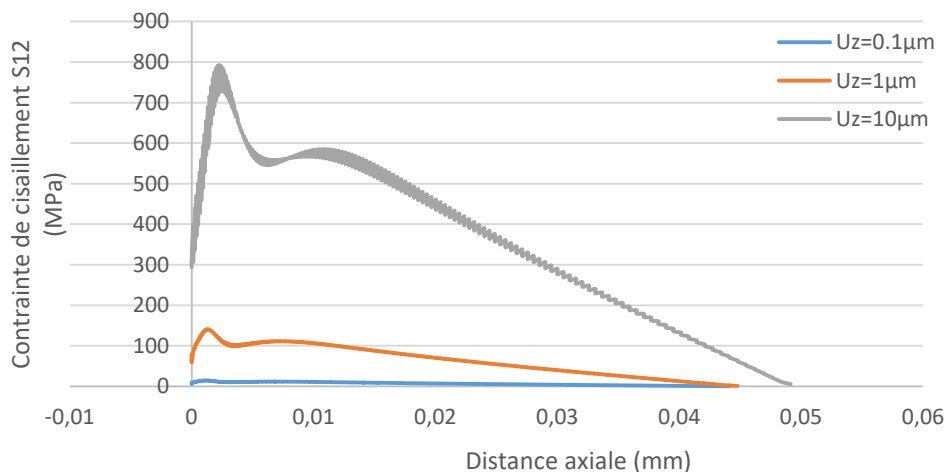


Figure III.42 : Courbe des contraintes de cisaillement en fonction de la distance axiale pour différents déplacement appliqué, $U_z=0.1, 1, \text{ et } 10\mu\text{m}$.

Les valeurs de la force maximale et de la contrainte de cisaillement calculées sont inversement proportionnelles aux déplacements appliqués (tableau III.7)

Déplacement appliqué U_z (μm)	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
0.1	0.21	113.73
1	0.19	102.9
10	0.079	42.78

Tableau III.7 : Force et contrainte moyenne calculé pour les différents déplacements appliqués.

La répartition du champ des contraintes de cisaillement et de Von-Mises observe l'augmentent de ces dernières en fonction des déplacements appliqués (figures.III.40, et III.41).

Des faibles valeurs de la contraintes de cisaillement est donnée pour des déplacements appliqués de 0.1 μm et 1 μm .

Pour le modèle avec congé nous remarquons que la distribution axiale des contraintes augmente avec l'augmentation de la charge, qui peut provoquer une rupture en traction de la fibre dans le test d'arrachement. Dans la figure III.42 avec l'augmentation de la charge, la contrainte de cisaillement interfaciale devient progressivement étroite à la résistance interfaciale tandis que le processus de déchaussement à l'interface commence.

III.4.4. Géométrie et conditions aux limites du modèle 4

III.4.4.1. Sensibilité de différents paramètres

Pour le modèle 4 (figure III.43) c'est la même géométrie et conditions aux limites appliquées que le modèle 2, avec la différence dans les dimensions, de différents éléments du modèle, la longueur et le diamètre de la fibre ($L=46\mu\text{m}$, $r_f=8\mu\text{m}$, $9\mu\text{m}$ et $12.5\mu\text{m}$), l'épaisseur de la zone cohésive (interface, $r_i=0.001\mu\text{m}$, $0.005\mu\text{m}$) et l'épaisseur de la matrice ($r_m=20\mu\text{m}$, $15\mu\text{m}$). Ainsi que les caractéristiques mécaniques de matériaux prennent en compte.

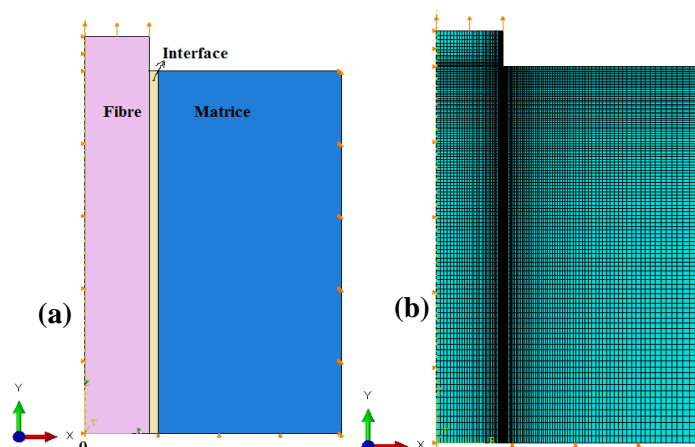


Figure III.43 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 4.

- **Influence de l'épaisseur de la zone cohésive**

L'épaisseur de la zone cohésive influence directement la raideur du matériau (équation III.11). Théoriquement, une interface d'épaisseur nulle a une raideur infinie mais pour des raisons de convergence, cela n'est pas représentable lors de calculs numériques. Ils donc préconisé de considérer l'épaisseur « la plus faible possible » qui permet aux calculs de converger.

$$\sigma_x = K_x \cdot \varepsilon_x = K_x \left(\left[\frac{u_x}{e} \right] \right) = \frac{u_x}{e} [u_x] = C_x \cdot [u_x] \quad (\text{III.11})$$

Avec : σ_x : la contrainte dans la direction x (x=n, s ou t) ;

ε_x : la déformation dans la direction x ;

u_x : le déplacement dans la direction x ;

K_x : le module de déformabilité dans la direction x ;

$$K_x = E_x \frac{(1-\gamma)}{(1-\gamma).(1-2\gamma)} \quad (E_x : \text{Module de Young}, \gamma : \text{coefficient de Poisson})$$

e : l'épaisseur initiale de la zone cohésive ;

C_x : la raideur dans la direction x.

La modification de l'épaisseur n'entraîne donc aucun changement de raideur tangentielle. En effet, seules les composantes tangentielles interviennent en cisaillement. La pente est toutefois légèrement plus marquée au niveau du pic de décohésion, pour l'interface la plus épaisse.

- **Influence des modules de déformabilité de la zone cohésive**

La seconde manière d'augmenter la raideur de l'interface est d'augmenter les valeurs des modules de déformabilité des éléments cohésifs (équation III.11). Cette étude démontre clairement que la valeur du module normal n'a aucune influence dans le cas d'une rupture par cisaillement. Plus le module tangentiel est élevé par contre, plus la raideur de l'interface est grande et plus l'effort nécessaire à sa décohésion doit être grand. Cependant, lorsque le module devient trop important, la simulation numérique n'arrive pas à son terme à cause de problèmes de convergence. De plus, augmenter le module a également pour effet de retarder le moment de la rupture, et donc le déplacement atteint à cet instant.

- **Influence des valeurs du critère d'initiation et de propagation de l'endommagement**

Les valeurs des critères d'endommagement n'ont pas d'influence sur la pente du graphique effort déplacement. La valeur du critère d'initiation de l'endommagement fixe le déplacement atteint au moment du pic de décohésion tandis que le critère d'évolution de l'endommagement détermine le déplacement auquel l'effort de traction retombe à zéro. Augmenter la valeur du critère d'initiation, accroît le déplacement parcouru au moment du pic

de décohesion, mais allonge la phase de comportement élastique de l'interface, ce qui donne un de l'effort de décohesion plus grand.

- Influence de diamètre de la matrice**

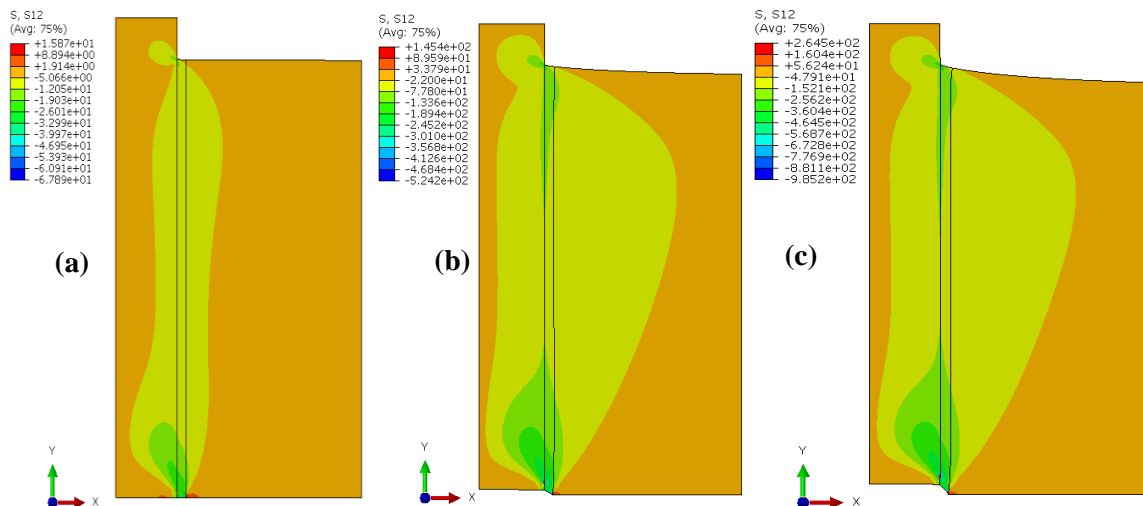


Figure III.44 : Répartition des contraintes de cisaillement pour différents déplacement appliqué, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

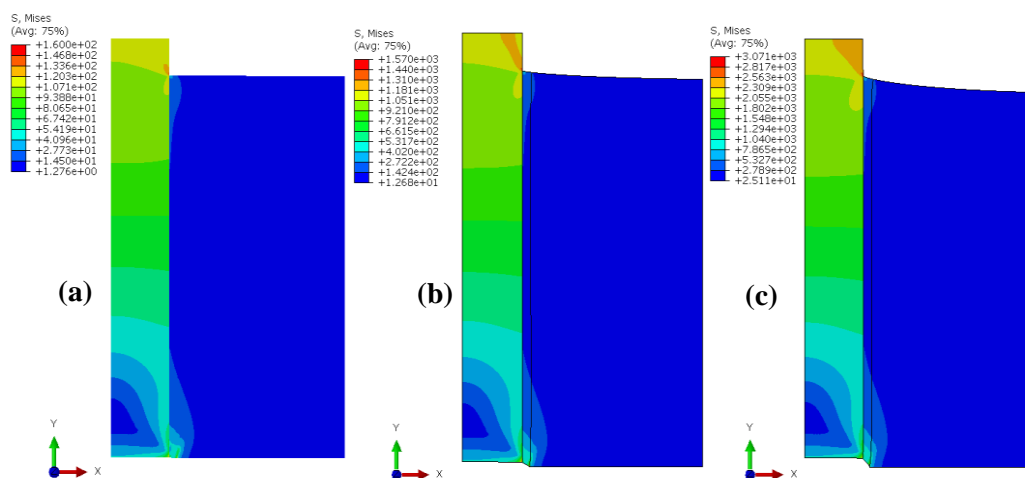


Figure III.45 : Répartition des contraintes de Von-Mises pour différents déplacement appliqué, (a) $U_z=0.1\mu\text{m}$, (b) $U_z=1\mu\text{m}$, (c) $U_z=10\mu\text{m}$.

Déplacement appliqué U_z (μm)	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
0.1	0.22	113.89
1	0.21	108.49
10	0.199	103

Tableau III. 8 : Force et contrainte moyenne calculé pour les différents déplacements appliqués.

Nous comparons les valeurs de la force maximale et contrainte moyenne calculés pour les différents déplacements appliqués présentés dans les tableaux III.2 et III.8 nous remarquons que y'a pas de variations de résultats, même remarque constatés lors des présentations des distributions des différentes profils des contraintes (figures III.44 et III.45).

L'équation, complexe mais peu restrictive, donnant la force de défilage permet de réaliser des études numériques de sensibilité à divers paramètres comme le coefficient de frottement interfacial, le diamètre de la fibre, l'épaisseur de l'interface et l'épaisseur de la matrice. Ce dernier paramètre n'aurait qu'une faible influence sur le résultat final, ce qui peut justifier que nous le considérons comme négligeable [228]. Expérimentalement [182], cela signifie qu'un mauvais contrôle du positionnement des lames ne devrait pas, dans une certaine limite tout au moins, avoir de répercussions significatives sur la force de défilage obtenue, c'est-à-dire ne devrait pas être un motif de dispersion des résultats.

La force de cohésion reflète précisément la force à l'interface du composite lorsque la charge à la rupture de la liaison fibre/matrice est proche de la charge maximale dans l'expérience. Selon bidimensionnel (axisymétrique) et en trois dimensions de la modélisation de l'élément cohésif dans la définition dans le sens de l'épaisseur, la force de défilage fibre/matrice est presque équivalente à la charge maximale basé sur le modèle mécanique typique de force-déplacement de la relation bilinéaire, le maximum défilage de la charge déterminée par la simulation numérique est presque équivalent à la charge maximale mesurée dans l'essai avec uniquement une erreur de 3.1%.

III.4.5. Géométrie et conditions aux limites du modèle 3D hors axe

III.4.5.1. Effet de différents angles d'inclinaison de la fibre

Pour voir l'effet de différents angles d'orientation de la fibre par rapport à son axe principal, nous avons construit un modèle 3D (hors axes) qui consiste à appliquer une force de traction selon l'angle d'orientation de la fibre, 0° , 15° , 30° , 45° , et 60° , sur la surface supérieure libre de ce dernier pour défilage cette fibre de sa gaine de matrice, pour un déplacement appliqué de $1 \mu\text{m}$. L'essai est contrôlé en vitesse de déformation comme nous l'avons cité déjà dans la section 6.1. Sa face inférieure est considérée encastree, les nœuds sont bloqués en déplacement et en rotation (figure III.46).

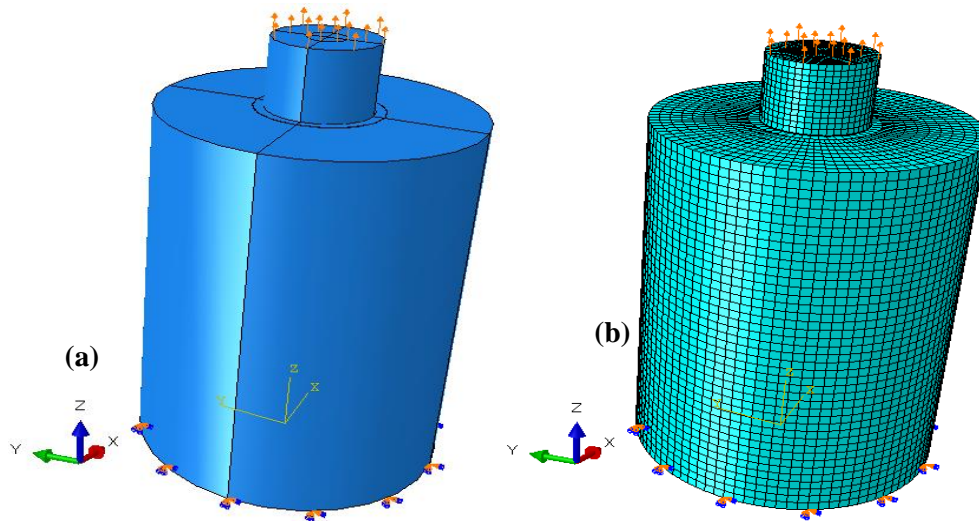


Figure III.46 : (a) Modélisation de l'essai pull-out et (b) maillage du modèle 3D (0°).

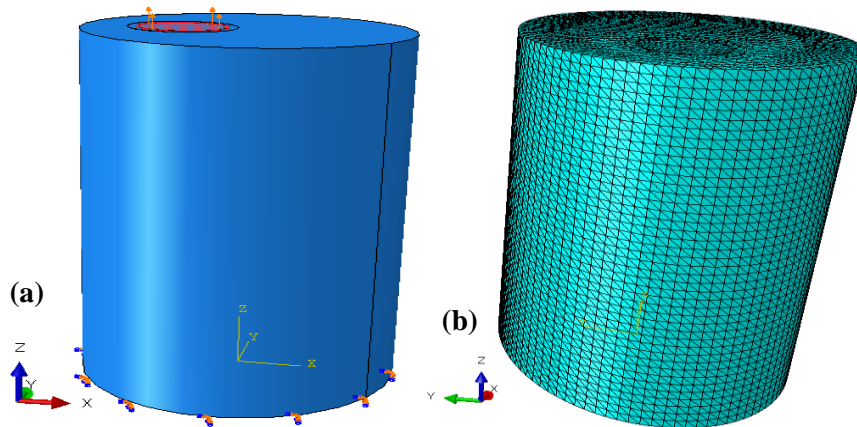


Figure III.47 : (a) Modélisation de l'essai pull-out (b) maillage du modèle 3D hors axe à 15°.

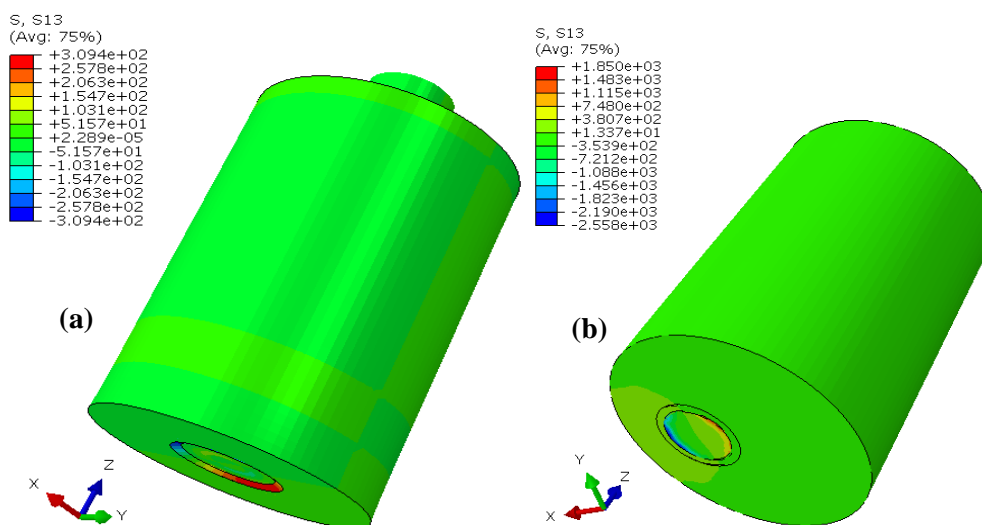


Figure III.48 : Répartition des Contraintes de cisaillement S13 à (a) 0° et (b) 15°.

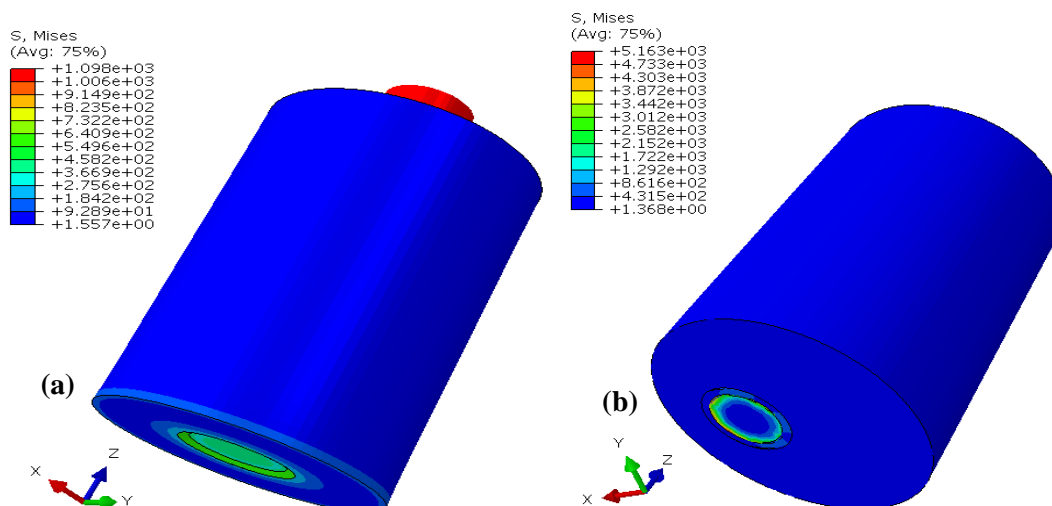


Figure III.49 : Répartition des Contraintes de Von-Mises (a) 0° et (b) 15°.

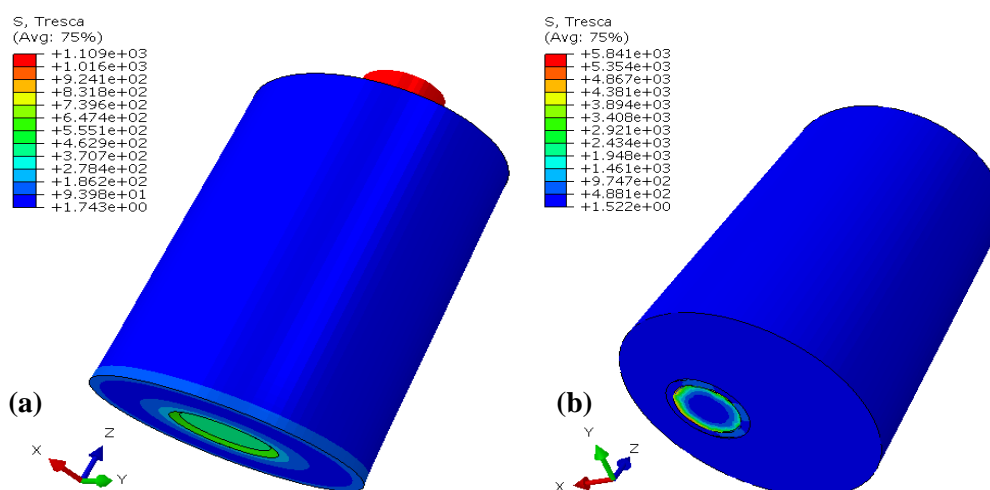


Figure III.50 : Répartition des Contraintes de Tresca (a) 0° et (b) 15°.

Inclinaison de la fibre	Déplacement U_z (μm)	Force F_{max} (N)	Contrainte moyenne τ_{moy} (MPa)
0°	0.1	0.32	569,74
15°	0.1	0.31	570.10
30°	0.1	0.37	544.50
45°	0.1	0.15	166.30
60°	0.1	0.107	108.32

Tableau III.9 : Force maximale et contrainte moyenne calculés pour un déplacement appliqué de $U_z = 0.1 \mu\text{m}$ pour les différents angles d'inclinaison de la fibre.

En ce qui concerne l'angle d'inclinaison de la fibre (0°, 15°, 30°, 45° et 60°), des modèles 3D ont été construits. Le modèle 3D hors axe montre clairement que les distributions des

contraintes et la charge maximale augmente avec l'orientation de la fibre. Par rapport à la fibre alignée (0°), une légère augmentation de la force d'arrachement maximale à un angle d'inclinaison de 30° a pu être identifiée (voir la distribution des différents profils des contraintes présenté sur les figures III.48, 49 et 50) ; cependant, l'augmentation de l'angle à 45° a entraîné une diminution de la force d'extraction maximale (tableau III.9).

Pour les fibres inclinées, une contrainte supplémentaire, dérivée de la force de décohésion, s'exerce sur le coin de la matrice à l'endroit où la fibre pénètre dans la matrice [1]. Avec l'augmentation des angles d'inclinaison, l'effet de cette concentration de contraintes augmente également (Ce phénomène était plus pertinent pour les fibres à haute résistance [4]). Pendant ce temps, la rupture des fibres s'est également produite, en fonction de la résistance des fibres et de l'angle d'inclinaison. Comme le montrent les valeurs de la force maximale et de la contrainte moyenne calculées présentes au tableau III.9, les fibres ont tendance à se casser plus facilement avec l'augmentation de l'angle d'inclinaison (à un angle d'inclinaison de 60°).

Dans ce travail, afin de comparer l'efficacité des modèles avec fibre inclinée (hors axe) et alignée (fibre droite), le rapport de contrainte de traction $\sigma_{\text{incliné}}/\sigma_{\text{aligné}}$ a été déterminé; les résultats (1.0007, 0.95, 0.29, et 0.19 respectivement) indiquent que les fibres alignées (ou les fibres avec un très petit angle d'inclinaison) ont atteint le rendement de fibre le plus élevé. Cette tendance était indépendante de la résistance à la traction des fibres tableau III.9. Bien que cette remarque ne justifie qu'en partie les écarts relevés, une concordance acceptable entre les prévisions numériques et les résultats expérimentaux [229]. Pour ces modèles numériques, nous avons pu mettre en évidence l'influence prépondérante de l'orientation des fibres pour notre simulation.

III.5. Synthèse

Pour mieux visualiser l'aptitude des divers modèles à décrire les résultats d'essai, nous avons tracé, pour chacun d'eux, l'évolution de la force de défibrage en fonction du diamètre de goutte, D (ces paramètres étant les grandeurs accessibles expérimentalement). Ces tracés ne sont possibles qu'en raison de l'existence d'une relation univoque entre les paramètres D et L , certaines modèles dépendant à la fois de ces deux grandeurs. La relation, affine, existant entre D et L , dans la gamme des dimensions des gouttes testées, est mise en évidence empiriquement (Figure III.51), pour chaque matériau (cette relation dépend notamment des propriétés de mouillabilité de la fibre par la goutte).

Nous pouvons alors pour chaque modèle et pour chaque matériau, exprimer la force de défibrage en fonction uniquement du diamètre de goutte, en utilisant le paramètre caractéristique moyen (G_i ou τ_i) calculé, pour chaque modèle, à partir des valeurs expérimentales. Cette procédure nous permet non seulement de comparer l'ensemble des modèles (énergétiques et de contrainte), mais encore de nous affranchir de la dispersion des divers paramètres expérimentaux, ceux-ci n'étant pas pris en compte de la même manière par les différentes approches.

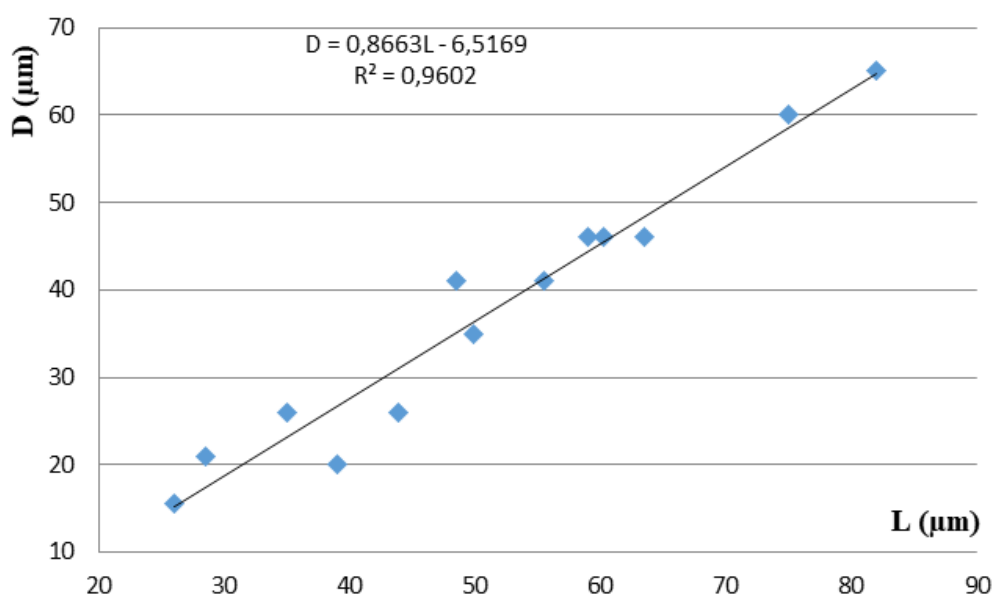


Figure III.51 : mise en évidence d'une relation linéaire entre le diamètre D et la longueur L de goutte.

La synthèse des différents modèles montre que les modèles de Piggott et Penn ne reflètent pas la dépendance réelle de F_d par rapport au diamètre de la goutte ; ceci est compréhensible, vu les configurations de test choisies par ces auteurs, relativement éloignées des conditions que nous imposons.

Les modèles de Palley, de contraintes moyenne et de B.L.T. prennent en compte cette dépendance pour les différents matériaux. Ces trois modèles sont donc plus adaptés à la description de nos modèles, mais dans la gamme de diamètre de goutte que nous modélisons, l'analyse de différents résultats ne permet pas vraiment de distinguer laquelle des trois approches est la plus adéquate.

III.5.1. Etude critique des différents modèles éléments finis

III.5.1.1. Validité de l'évaluation de τ_i

Les évaluations de τ_i réalisées avec le modèle des éléments cohésive (pour les différents configurations) apparaissent excessives, notamment des propriétés de la matrice environnante ($\tau_y = 50MPa$). Le tableau III.10 présente une comparaison de la valeur du rapport de τ_i/σ_0 (rapport du maximum de la contrainte interfaciale de cisaillement sur la contrainte axiale appliquée à la fibre) obtenue par les différents auteurs ; les approches de B.L.T. et Scheer et Nairn sont des approches analytiques alors que celle de Herrera-Franco et Drzal est une étude par éléments finis. Malgré ces différences, les valeurs de τ_i/σ_0 obtenues dans les différents cas (les différents modèles réalisés dans notre travail) sont en très bon accord, ce qui contribue à valider les résultats de nos modèles. S'il y a surestimation de la résistance interfaciale réelle, celle-ci proviendrait alors d'une surestimation expérimentale de la force de défibrage F_d .

Référence	B.L.T.	Scheer et Nairn	Herrera-Franco, Drzal	Notre étude
τ_i/σ_0	0.125	0.13	entre 0.12 et 0.21	entre 0.11 et 0.35
Commentaires	$\sigma_m = -100MPa$ $\sigma_f = 2000MPa$	$\sigma_m = -100MPa$ $\sigma_f = 1900MPa$	suivant l'écartement relatif des mors (étude par E.F)	Suivant différents conditions aux limites (étude par MZC)

Tableau III.10 : Comparaison du rapport τ_i/σ_0 obtenu par des études différentes

III.5.1.2. Confrontation du modèle et des résultats expérimentaux

La modélisation de l'essai *pull-out* devrait représentative de la réalité. Le modèle ne sera validé que lorsqu'il permettra de représenter les mêmes phénomènes qu'un essai classique. Jusqu'à présent, le modèle ne permet de reproduire qualitativement que les phases 2, 3 et une partie de la phase 4. Il est normal que la phase 1 ne soit pas présente dans le cas d'une simulation numérique. Contrairement aux résultats des essais, la modélisation montre que la phase 2 n'a pas un comportement linéaire. Les glissements saccadés de la phase 4 n'existent pas. Dans la réalité ils sont dus au frottement, mais dans le modèle, le comportement de l'interface ne prend pas en compte le frottement. Pour la même raison, en phase 5, l'effort retombe à zéro au lieu de garder une valeur résiduelle. Dans la suite, d'autres lois d'interface seront testées afin de se rapprocher du comportement réel de l'interface. L'endommagement s'amorce dans un élément à partir du moment où le critère est atteint (ici, quand la déformation de l'élément dépasse 10^{-3}). L'endommagement total de l'élément se produit alors de manière quasi instantanée.

III.6. Conclusion

Dans ce chapitre, une modélisation aux éléments finis d'un essai pull-out a été réalisée. La première partie a consisté à utiliser les lois matériaux fournies par Abaqus™. Il en est ressorti que les lois d'interfaces d'Abaqus™ ne sont pas prédictives, et ne permettent pas de rendre compte du comportement frottant observé expérimentalement. Faire varier le module ne permet donc pas d'approcher la courbe expérimentale car en se rapprochant des contraintes souhaitées, on s'éloigne de la valeur en déplacement. La raideur initiale de l'interface est constante quel que soit le module et la valeur des contraintes maximales τ_{\max} et de décohésion τ_d varient linéairement en fonction du module tangentiel.

L'épaisseur de la zone cohésive influence directement la raideur du matériau (équation III.11). Théoriquement, une interface d'épaisseur nulle a une raideur infinie mais pour des raisons de convergence, cela n'est pas représentable lors de calculs numériques. Il est donc préconisé de considérer l'épaisseur "la plus faible possible" qui permet aux calculs de converger. L'effort déployé pour atteindre la rupture dans le modèle est beaucoup plus faible que dans le cas expérimental. Les paramètres choisis initialement ne permettent pas d'atteindre les valeurs souhaitées. Des études paramétriques sont menées pour analyser l'influence des paramètres.

La modélisation numérique visait la mise au point d'une méthode afin de simuler correctement le comportement mécanique des interfaces en cisaillement pur notamment (essais pull-out). A cette fin, une loi de la bibliothèque du code de calcul Abaqus™ a été testée dans un premier temps. Comme elle ne permettait pas de reproduire le comportement adhérent frottant déjà mis en évidence expérimentalement. Une fois adaptée numériquement, elle permettra de mener des simulations prédictives du comportement des interfaces car elle allie adhérence et frottement. Bien que la loi ne soit pas encore totalement fonctionnelle, les résultats déjà obtenus sont prometteurs et encourageants. Pour obtenir des résultats conformes avec une simulation numérique, il est nécessaire d'introduire les bons paramètres des matériaux et de l'interface. C'est pour cette raison que la dernière partie de ce travail a été assignée à la mise au point d'essais servant à caractériser mécaniquement les interfaces fibre/matrice qu'est l'objectif de chapitre IV.

Chapitre IV : Caractérisation Mécanique- Mode d'Endommagements

IV.1. Introduction

La connaissance des caractéristiques mécaniques d'un matériau composite et sa structure permettent de comprendre, voire 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 on trouve les essais mécaniques. Ces essais sont classés en plusieurs types :

➤ Essais mécaniques sur le composite :

Les propriétés du composite doivent satisfaire le cahier des charges (calculs de résistance et de durabilité). Le contrôle du taux de renfort et de permet de situer la qualité du produit. Les essais non destructifs permettent la mise en évidence des défauts de structure qui initient l'endommagement ainsi que l'évolution du processus de rupture. Ci-dessous quelques essais classiques utilisés pour la caractérisation du comportement du composite classés par rapport à la vitesse de sollicitation :

- Essais statiques
 - Essai de traction et de compression (traction longitudinale, transversale, hors axes, compression longitudinale...)
 - Essai de flexion (trois points, quatre points, par flambement. ...)
- Essais dynamiques
 - Essai de compression dynamique
 - Essai au choc
 - Essai de fatigue

➤ Essais mécaniques sur l'interface fibre-matrice :

- Essai sur éprouvettes modèles (Essai Pull-out, essai de fragmentation. ...)
- Essai sur produit fini (essai de micro-indentation, essais de cisaillement interlaminaire, par flexion ou par traction...)

De plus d'autres essais ou analyses permettront une meilleure connaissance du composite :

- Vieillissement (absorption d'eau, tenue en température...)
- Dilatation thermique...

Le travail présenté dans cette partie est l'élaboration et la caractérisation du comportement mécanique d'un matériau composite unidirectionnel haute performance en fibre de carbone et matrice polyester thermodurcissable. Cette démarche expérimentale permet de mettre en évidence un type d'interface inter-mèche. En premier lieu, des essais de flexion trois points et des essais de traction uniaxial sont conduits en mode statique. En deuxième lieu des essais dynamiques de chocs Charpy ont été menés pour déterminer la résistance et l'endommagement au choc du matériau. Les modes d'endommagement obtenu en choc Charpy ont été comparés à ceux de la flexion. Des éprouvettes sont découpées à différents angles : 0° , 5° , 15° , 30° , 45° et 90° par rapport à la direction principale du renfort. Nous avons convenu d'appeler ces essais « hors axes ». Les résultats et les mécanismes d'endommagement engendrés sont discutés et analysés.

IV.2. Matériaux de l'étude

Le renfort textile utilisé est principalement destiné à la fabrication de composite haute performance. Il s'agit d'un renfort unidirectionnel en fibres de carbone (figure IV.1) de masse surfacique de 160g/m^2 et de 0.16mm d'épaisseur, avec une répartition de 7.6 mèches/cm pour la direction chaîne qui constituent une proportion de 97% dans le renfort. Un matériau composite à base de ce renfort a été élaboré en utilisant une matrice polyester insaturée (Polylite®440-800) par moulage au contact. Il est constitué de 12 plis pour les essais de flexion et de choc Charpy (lot UD), et 6 plis pour les essais de traction (lot A). Les plaques obtenues sont d'une épaisseur moyenne respectivement de 2.85mm et de 2.10mm .

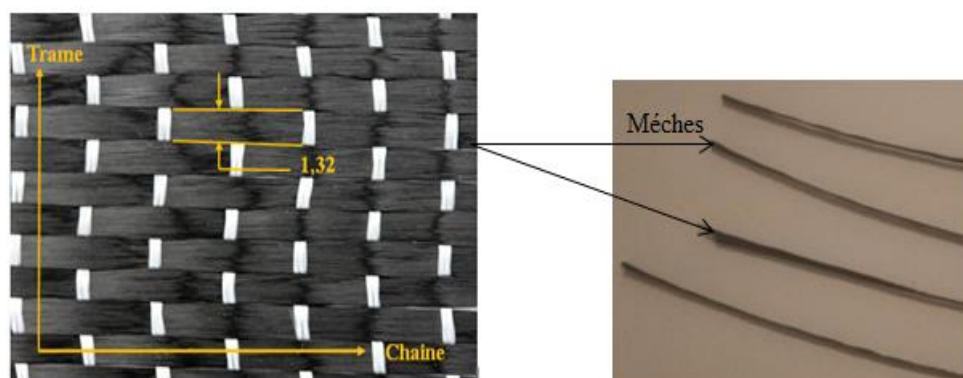


Figure IV.1 : Renfort unidirectionnel en carbone utilisé.

IV.2.1. Préparation des échantillons pour les essais statiques et dynamiques

Les plaques de stratifiés ayant servi au découpage des éprouvettes sont obtenues par le procédé de moulage au contact. Le procédé est manuel. Il consiste à étaler d'abord sur moule

une cire qui sert d'agent de démoulage, puis passer une fine couche de résine et nous procédons à la disposition des couches successives de renfort imprégnées puis de la résine (figure IV.2.a) (mélangée à 1.5% du durcisseur) au moyen d'un pinceau et d'un rouleau ébulleur qui sert d'un compacteur et chasseur des bulles d'air (figure IV.2.b).

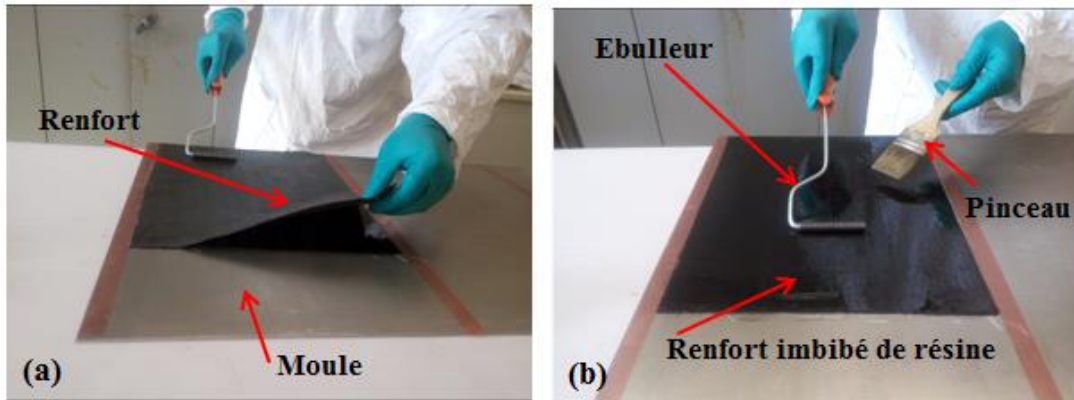


Figure IV.2 : Moulage au contact, a) Dépôt de tissu, b) Imprégnation avec la résine.

L'ensemble est maintenu dans cet état et à température ambiante pendant la polymérisation et jusqu'à la fin de la gélification qui dure à peu près une demi-journée. A la fin de la polymérisation, nous procédons au démoulage. Les plaques fabriquées sont de dimensions 500x500 mm².

IV.2.2. Découpage des éprouvettes

Les éprouvettes sont découpées dans les plaques à l'aide d'une scie à disque diamanté sous un jet d'eau (figure IV.3). Les éprouvettes sont découpées à différentes directions (0°, 5°, 15°, 30°, 45° et 90°) définies relativement à l'axe principal de renfort unidirectionnel (figure IV.4).



Figure IV.3 : Scie à disque diamanté.

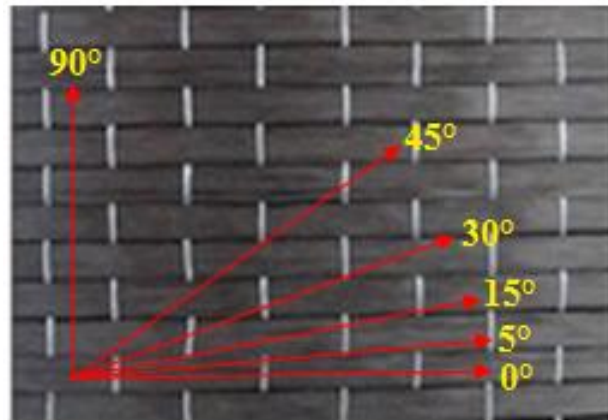


Figure IV.4 : Direction de découpe des éprouvettes par rapport à l'axe principale du renfort.

IV.3. Essai de perte au feu (calcination)

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

IV.3.1. Matériel utilisé

- Un four dont la température est réglée à 620°C (figure IV.5.a) ;
- Creuset pour mettre les échantillons dedans (figure IV.5.b) ;
- Une balance électronique de précision 10^{-5} g (figure IV.5.c).



Figure IV. 5 : Matériel utilisé.

IV.3.2. Déroulement de l'essai

Nous avons effectué un essai de perte au feu pour le stratifié en fibre de carbone à 12 plis (fibres de carbone et matrice polyester). Les échantillons sont pesés à sec et placés dans des creusets préalablement pesés, le tout est placé dans un four dans lequel la température évolue de 25°C à 1100°C. L'essai est réalisé à 620°C, température pour laquelle la résine est entièrement calcinée (environ 30 mn). Après sortie du four, nous laissons l'ensemble refroidir

pendant 30 min. Les creusets et les fibres de carbone sont pesés. Le taux massique des fibres et de la matrice est calculé par les équations IV.1 et IV.2 respectivement :

$$M_f = \left(\frac{M_{cc} - M_c}{M_e} \right) \cdot 100 \quad (IV.1)$$

$$M_m(\%) = 1 - M_f(\%) \quad (IV.2)$$

avec : M_f : le taux massique des fibres ;

M_m : le taux massique de la matrice ;

M_e : masse de l'échantillon avant calcination ;

M_{cc} : masse du creuset après calcination ;

M_c : masse du creuset.

Les résultats des pesées donnés par le tableau IV.1 ainsi obtenus montrent que le taux massique des fibres est de 35.59 % ($\pm 2.92\%$).

T (°C) = 620	Pesée à vide (g)	Pesée avec échantillon (g)	Pesée après calcination	Fraction massique des fibres (%)	Moyenne (M_f %)
Creuset 1	18.87531	21.43611	19.71392	32.12	35.59 ± 2.92
Creuset 2	17.42748	20.31116	18.40949	34.37	
Creuset 3	17.47239	20.63878	18.67127	38.64	
Creuset 4	14.75232	18.11639	16.01814	37.26	

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

La figure IV.6 nous montre l'état de l'échantillon avant et après calcination. Après calcination, il restera juste les fibres de carbone et la résine s'est évaporée.



Figure IV.6 : Echantillon avant et après calcination.

IV.4. Essais mécanique

La connaissance du comportement d'un matériau en général est indispensable en vue de son utilisation dans des conditions optimales. Cependant, dans le cas des matériaux composites

la connaissance du comportement des différents constituants ne permet de prévoir les propriétés et de donner des indications d'endommagement.

La caractérisation passe donc par des essais sur chaque type de composite utilisé. Dans notre étude nous avons effectué des essais statiques de flexion trois points et de traction ainsi que des essais dynamiques par le biais des essais de choc Charpy.

IV.4.1. Essai statique de flexion trois points

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques du matériau de l'étude, nous avons recours à l'essai de flexion trois points. Cinq éprouvettes ont été testées dans chaque direction.

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

IV.4.1.1. Description de la machine d'essai

Les essais de flexion et de traction sont réalisés sur une machine de traction de type IBERTEST (figure IV.7). C'est une machine universelle qui peut effectuer sans encombre la traction, la compression et la flexion, avec bien sûr le changement des bans (mors, plateaux, ...) qui se montent et démontent facilement. Elle est dotée d'une capacité à la compression de 200KN, accompagnée par des vitesses de chargement qui varient de 2 à 500 mm/min contrôlées automatiquement. Elle est constituée essentiellement d'une traverse inférieure fixe, et d'une traverse supérieure mobile entraînée par deux vis sans fin mis en rotation par un moteur électrique situé dans le compartiment inférieur. Sur chacune des traverses se trouve des mors permettant de fixer l'éprouvette. Un capteur permet d'enregistrer la flèche de l'éprouvette ainsi que la force de réaction de celle-ci au cours de l'essai et qui seront projetées directement sur l'écran d'un ordinateur lié à la machine.

Nous avons effectué des essais de flexion et de traction à une même vitesse qui est de 2 mm/mn et à une température de 25°C recommandée par les normes.

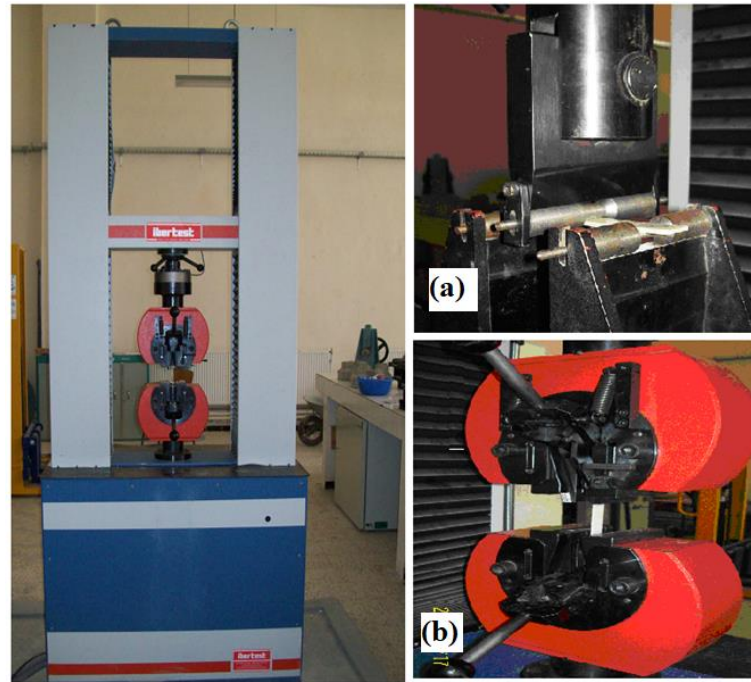


Figure IV.7 : Machine de traction : Dispositif de flexion trois points (a) et de traction (b).

IV.4.1.2. Géométrie des éprouvettes de flexion

Les dimensions des éprouvettes utilisées (figure IV.8) pour les essais de flexion trois points ont été choisies selon la norme NF EN ISO 14125, ASTM D 790 [230] c'est-à-dire :

$$L_{\text{tot}} = 20 h + 25 (\pm 1) \text{ mm.}$$

b est fonction de h : $10 < b \leq 15 \text{ mm}$ si $h \leq 5 \text{ mm}$

avec : L_{tot} : Longueur Totale de l'éprouvette (mm) ;

b : Largeur de l'éprouvette (mm) fixée dans cette étude à 15mm ;

h : Epaisseur de l'éprouvette (mm) qui est égale à environ 3mm.

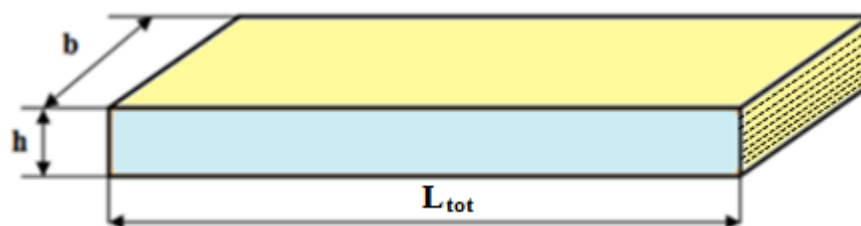


Figure IV.8 : Géométrie des éprouvettes.

Afin de tenir compte des dimensions réelles de chaque éprouvette, trois mesures de h et b ont été effectuées sur chaque éprouvette. Les dimensions des éprouvettes utilisées dans les calculs sont les valeurs moyennes données par les équations suivantes :

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

$$b_m = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 b_i \quad (IV.4)$$

IV.4.1.3. Résultats des essais de flexion trois points

Pour déterminer les contraintes et les déformations, nous avons utilisé les formules de passage suivantes données par la théorie des poutres :

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (IV.5)$$

$$\varepsilon = \frac{6hf}{L^2} \quad (IV.6)$$

Et la contrainte de cisaillement interlaminaire τ qui est donnée par la relation :

$$\tau = \frac{3P}{4bh} \quad (IV.7)$$

Avec : σ : Contrainte normale (MPa) ; ε : Déformation relative ;
 τ : contrainte de cisaillement interlaminaire (MPa) ;
 f : flèche (mm) mesurée au cours de l'essai pour chaque charge P(N) ;
 L : longueur entre appuis (mm). Dans notre cas L a été fixé à 60 mm.

Nous avons effectué des essais de flexion sur les différentes éprouvettes en tenant compte de la variation de l'angle de découpe dans les plaques composites. Les caractéristiques mécaniques des essais sont présentées dans le tableau IV.2 et leur comportement mécanique par les courbes d'évolution contraintes en fonction des déformations présentées ci-dessous.

Stratifié UD 12 couches	Largeur b (mm)	Hauteur h (mm)	Flèche f (mm)	Force maxi P (N)	Déformation maxi ε (%)	Contrainte maxi σ (MPa)	Module de Young E (MPa)
UD (0°)	15.36 ± 0.19	2.78 ± 0.05	2.89 ± 0.15	1006 ± 44	1.3 ± 0.06	761 ± 31	59872 ± 1085
UD (5°)	15.21 ± 0.25	2.83 ± 0.005	3.71 ± 0.26	905 ± 21	1.7 ± 0.1	669 ± 18	44163 ± 1649
UD (15°)	15.32 ± 0.38	2.82 ± 0.02	2.01 ± 0.12	485 ± 36	0.9 ± 0.05	357 ± 19	43522 ± 1939
UD (30°)	15.42 ± 0.44	2.86 ± 0.04	2.93 ± 0.42	200 ± 11	1.3 ± 0.2	142 ± 7	7929 ± 808
UD (45°)	15.70 ± 0.24	2.92 ± 0.02	2.59 ± 0.15	95 ± 5	1.2 ± 0.07	63 ± 2	5471 ± 196
UD (90°)	14.46 ± 0.33	2.91 ± 0.02	0.75 ± 0.06	25 ± 2	0.3 ± 0.03	18 ± 2	543 ± 7

Tableau IV.2 : Caractéristiques mécaniques du lot UD en flexion.

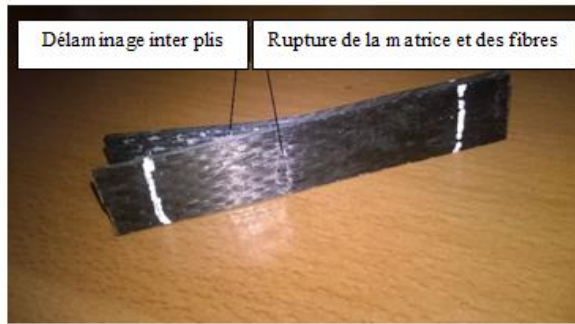
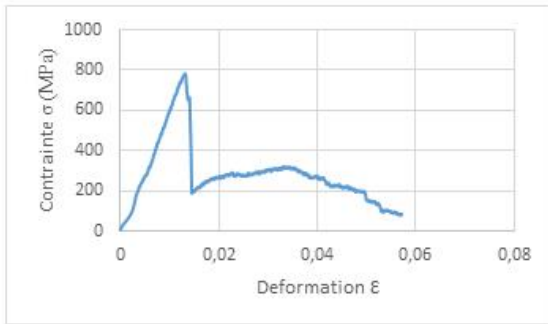


Figure IV.9 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (0°).

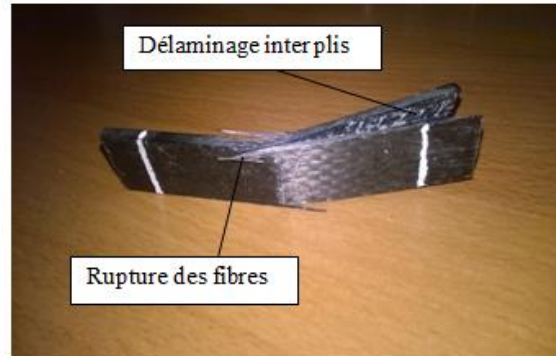
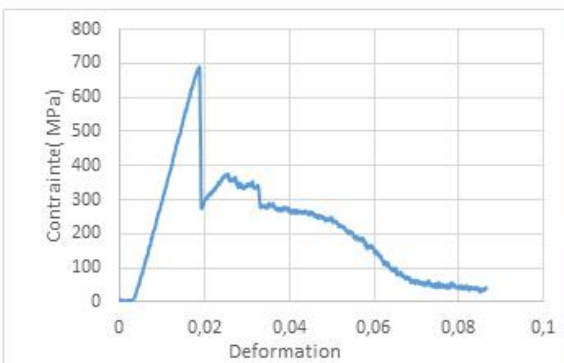


Figure IV.10 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (5°).

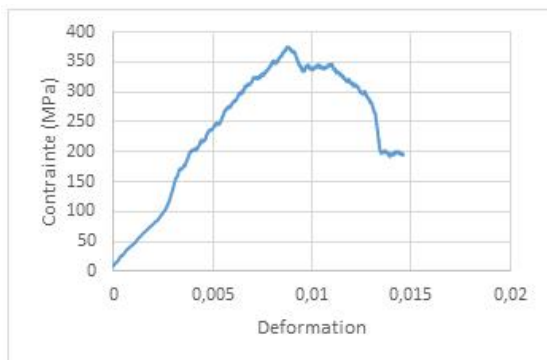


Figure IV.11 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (15°)

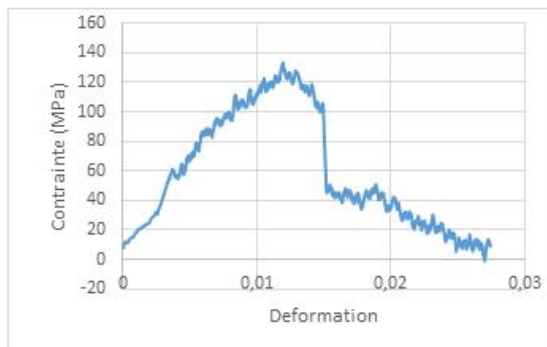


Figure IV.12 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (30°).

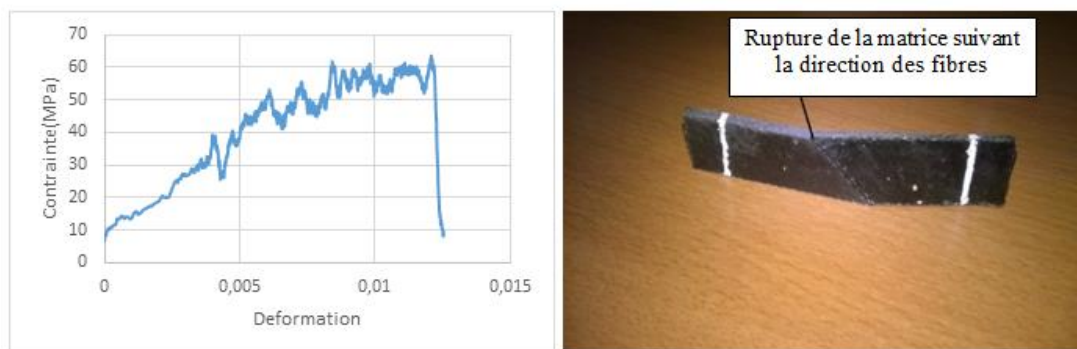


Figure IV.13 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (45°).

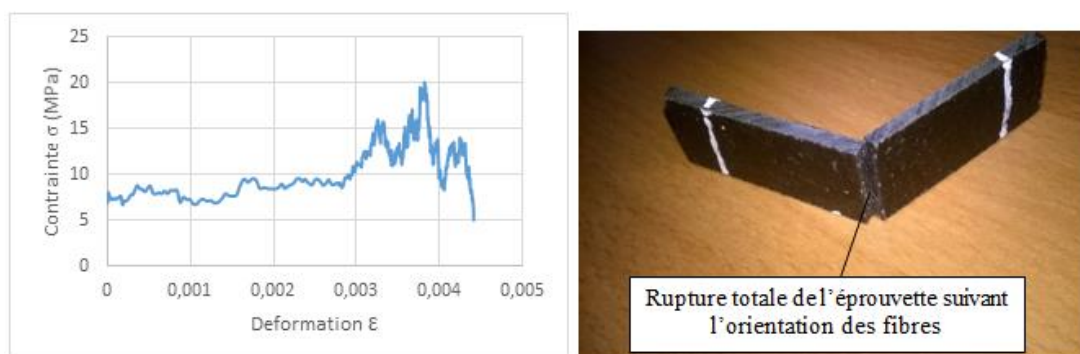


Figure IV.14 : Exemple de courbe contraintes/déformations du lot UD (90°).

Comme le montre les figures IV.9, IV.10 le comportement à rupture des lots UD (0°) et UD (5°) est fragile. Par contre, d'après les figures IV.11 à IV.14, les comportements mécaniques à rupture en flexion obtenus sur les autres composites ne sont pas fragile et permettent de distinguer trois zones : une zone linéaire, correspondant au comportement élastique de matériau, suivi d'une zone non linéaire, associée à l'apparition de premiers endommagements de la matrice et des fibres, en enfin une chute brutale de l'effort qui correspond à la rupture totale de matériau. Toutes les éprouvettes présentent un comportement similaire pour le même lot avec une légère dispersion de la contrainte à rupture, ce qui démontre une bonne reproductibilité. Ainsi les écarts types sont très faibles (<1%) pour la contrainte à rupture et le module de Young obtenus pour les lots d'éprouvettes qui sont découpée suivant la direction principale de renfort UD (0°). Lorsqu'on s'éloigne de l'angle 0° par rapport à l'axe principale du renfort jusqu'à atteindre son minimum à l'angle 90°, les valeurs de la contrainte à rupture et du module de Young diminuent et les écarts types augmentent tout en restant acceptables (un maximum de 10%). Ce qui montre que la résistance à la rupture est dépendante de la direction de sollicitations. Les modules de Young sont obtenus par la courbe de tendance de régression linéaire de la partie élastique. Le module de Young est maximal sur l'axe principal

du renfort UD (0°), et il diminue lorsqu'on s'éloigne de cet axe pour atteindre son minimum à $\theta = 90^\circ$.

Les ruptures de fibres interviennent en général en phase finale de la rupture macroscopique. Il s'agit là du mode d'endommagement le plus dangereux pour la structure. La résistance de la fibre étant très élevée, sa rupture est donc le résultat d'une forte sollicitation dans l'axe de la fibre. Le processus d'endommagement conduisant à la rupture d'un composite unidirectionnel dépend de la statistique de rupture de la fibre. Le processus se déroulerait en trois étapes distinctes. La première étape correspond à l'initiation de l'endommagement par ruptures isolées des fibres les plus faibles à un certain niveau de contrainte. La seconde étape est caractérisée par l'accumulation de ruptures aléatoires dans le composite à laquelle s'ajoute la croissance de l'endommagement autour des ruptures isolées. Enfin, la rupture des premières fibres voisines sous l'effet de charge se produisant avec l'augmentation de la contrainte axiale et où la probabilité de rompre de nouvelles fibres est en effet de plus en plus importante.

Au cours des essais de flexion, on entend des craquements, avant la rupture totale de l'échantillon, qui correspondent à la rupture de la matrice, au délaminage inter pli et à la rupture des fibres. Nous obtenons des ruptures fragiles de la matrice pour le matériau UD (90°) correspondant à un faciès de rupture propre et droit. Pour les lots UD (0°) et UD (5°), on obtient une rupture associant un délaminage suivi de rupture de fibres. Pour les autres lots la rupture suit la direction des fibres dans le renfort. D'après les mécanismes de rupture, tels que donnés par cet essai, nous pensons que celui-ci est en mesure de bien répondre au problème que nous nous sommes posés : Caractérisation de l'interface inter-mèche ou intra-pli.

Nous avons trouvé que la contrainte de cisaillement interlaminaire (ILSS) égale à **17.67** \pm **0.7** MPa pour le stratifié UD (0°) et **15.81** \pm **0.44** MPa pour stratifié UD (5°). Ces valeurs correspondent aux contraintes de cisaillement interfaciale pour l'interface interplis (mode de rupture des matériaux est le délaminage : figures IV.9 et IV.10).

IV.4.1.4. Effet de l'anisotropie

Comme le montre les figures IV.15, IV.16 et IV.17, la contrainte à rupture et le module de Young respectivement diminuent en fonction de l'augmentation de l'angle de sollicitation des éprouvettes par rapport à l'axe principal du renfort UD. Ceci montre que la résistance à la rupture et la rigidité sont dépendantes de la direction de sollicitation. Cette chute de caractéristiques mécaniques est beaucoup plus prononcée à partir d'un angle de 15° . Un rapport du composite UD (0°) et UD (90°) est de 42 fois plus pour la contrainte à rupture et de 110 fois

plus pour le module de Young. Cela est dû à la structure du renfort (tissu UD carbone). Dans la direction des fibres UD (0°) c'est le renfort qui est sollicité, par contre dans la direction transverse UD (90°) c'est la matrice qui est sollicitée et le renfort ne travaille pas selon cette direction.

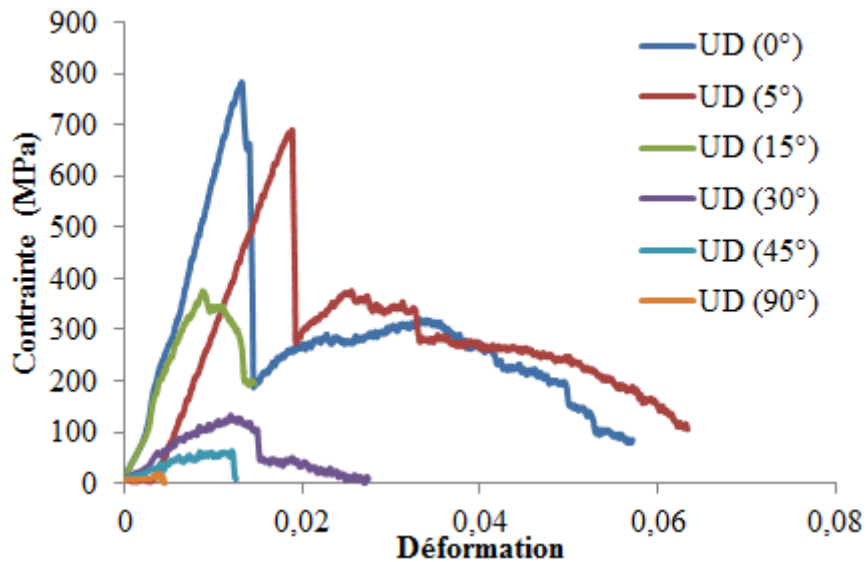


Figure IV.15 : Evolution contraintes/déformations du lot UD en fonction de l'angle de sollicitation.

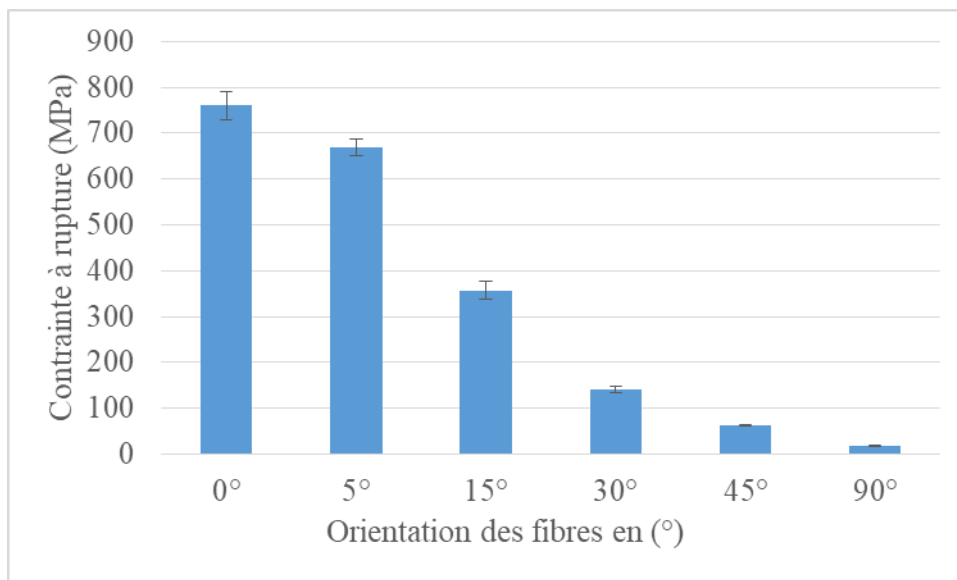


Figure IV.16 : Influence de l'anisotropie sur les contraintes à la rupture.

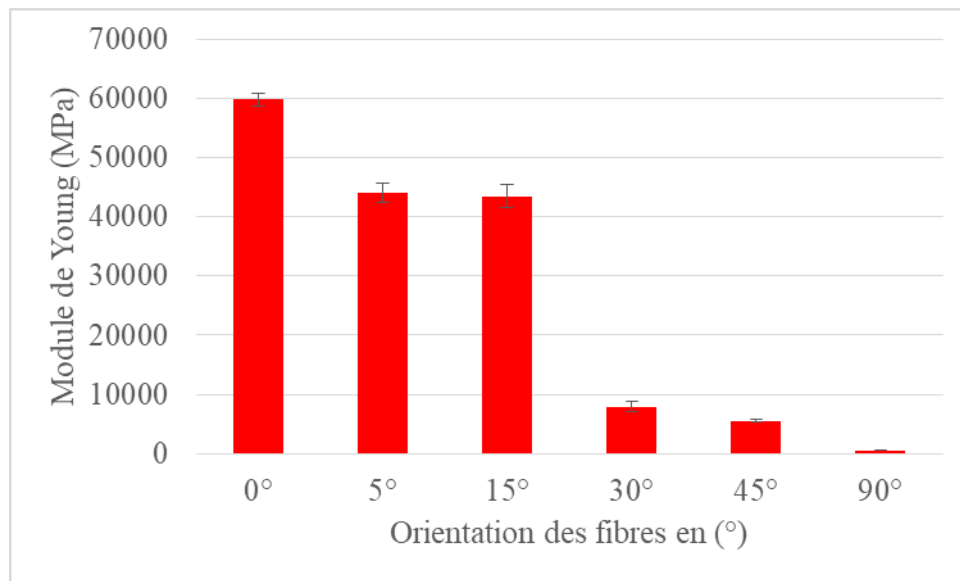


Figure IV.17 : Influence de l'anisotropie sur les modules d'élasticité.

IV.4.2. Essai statique en traction hors axes

IV.4.2.1. Géométrie des éprouvettes de traction

Les études et les normes concernant l'éprouvette de traction (ISO 527- 4 et 5) [230] recommandent en général d'utiliser une éprouvette plate dont la longueur a un ordre de grandeur de 10 fois supérieure par rapport à la largeur (figure IV.18).

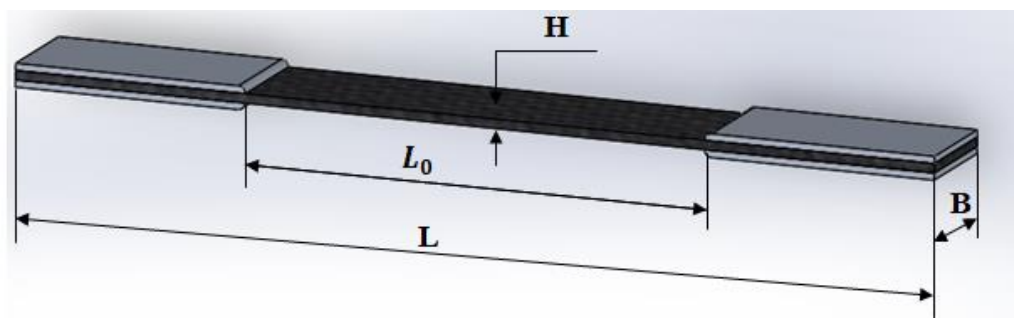


Figure IV.18 : Géométrie des éprouvettes de traction.

Avec : $H = 2.10 \text{ mm}$: épaisseur moyenne de l'éprouvette ;

$B = 25 \text{ mm}$: largeur de l'éprouvette ;

$L = 250 \text{ mm}$: longueur de l'éprouvette ;

$L_0 = 150 \text{ mm}$: longueur utile de l'éprouvette.

Les éprouvettes de traction ont été réalisées en utilisant des talons qui sont découpés à base d'une tôle mince en aluminium, avec une longueur de 50 mm, une largeur de 25 mm et une

épaisseur moyenne de 1.5mm (figure IV.19). Les talons ont été rayés pour se maintenir dans les mors et éviter le glissement de l'éprouvette au cours de l'essai. Pour faciliter la distinction des lots en fonction de l'angle de découpe des éprouvettes durant les essais, nous avons attribué pour chaque angle une lettre selon la notation suivante : A/(0°), B/(5°), C/(15°), D/(30°), E/(45°), et F/(90°) (voir la figure IV.19). Dans la rédaction, nous avons unifié tous les lots avec une seule lettre (A) à laquelle on rajoute l'angle d'orientation de découpe des éprouvettes.



Figure IV.19 : Eprouvettes de traction hors axes avec talons.

IV.4.2.2. Résultats des essais de traction

Nous avons effectué des essais de traction sur des éprouvettes du lot A (stratifié 6 couches du renfort unidirectionnel en fibres de carbone) en tenant compte de la variation d'orientation des fibres. Pour une représentation plus cohérente des résultats des essais, nous avons utilisé les formules (IV.8 et IV.9) suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (IV.8)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (IV.9)$$

avec : σ : La contrainte normale (MPa) ;

ε : La déformation relative ;

S : La surface de l'éprouvette sollicitée (mm²) ;

F : La charge appliqué (N) ;

ΔL : L'allongement à la rupture (mm) ;

L_0 : La longueur utile de l'éprouvette (mm).

Les caractéristiques mécaniques des essais sont présentées dans le tableau IV.3 et les comportements mécaniques représentés par les courbes d'évolution contraintes en fonction des déformations ci-dessous.

• **Résultat du lot A (0°, 5°, 15°, 30°, 45°, et 90°)**

Lot A	h (mm)	b (mm)	ΔL (mm)	F_{max} (N)	ϵ_r (%)	σ_r (MPa)	E (MPa)
Lot A (0°)	2.24 ± 0.16	25.35 ± 0.06	4.27 ± 0.31	40588 ± 2382	3.0 ± 0.4	734 ± 33	23153 ± 2146
Lot A (5°)	2.33 ± 0.3	25.44 ± 0.02	2.68 ± 0.28	17735 ± 1576	1.8 ± 0.2	291 ± 42	17664 ± 675
Lot A (15°)	2.19 ± 0.05	25.36 ± 0.06	4.11 ± 0.72	3400 ± 199	2.7 ± 0.5	61 ± 4	7494 ± 310
Lot A (30°)	2.16 ± 0.15	25.16 ± 0.06	2.21 ± 0.1	1435 ± 37	1.4 ± 0.5	26 ± 3	2459 ± 303
Lot A (45°)	2.08 ± 0.07	25.44 ± 0.13	1.3 ± 0.294	1023 ± 64	0.9 ± 0.2	19 ± 2	2333 ± 147
Lot A (90°)	2.40 ± 0.05	25.50 ± 0.06	0.81 ± 0.17	417 ± 42	0.5 ± 0.1	7 ± 1	1430 ± 54

Tableau IV.3 : Caractéristiques mécaniques du composite du lot A en traction.

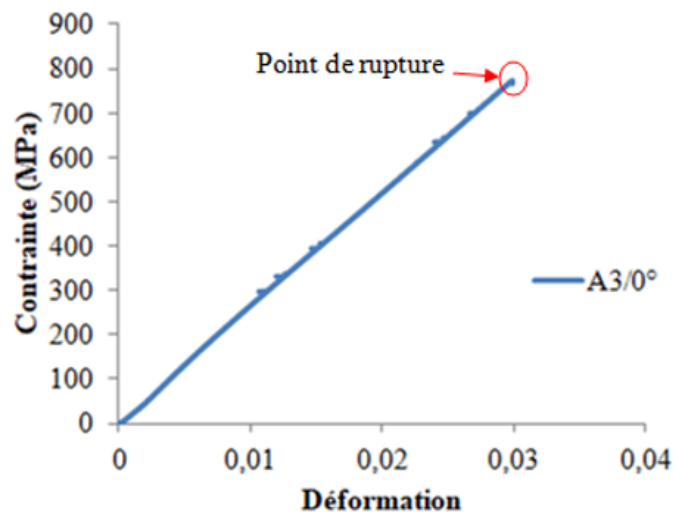


Figure IV.20 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (0°).

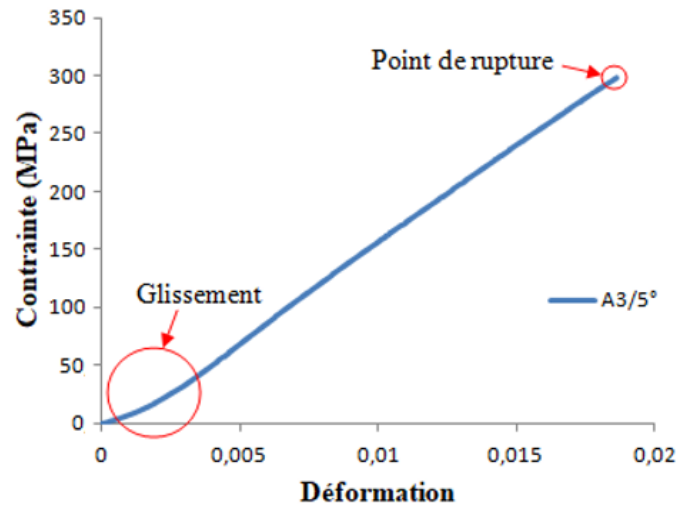


Figure IV.21 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (5°).

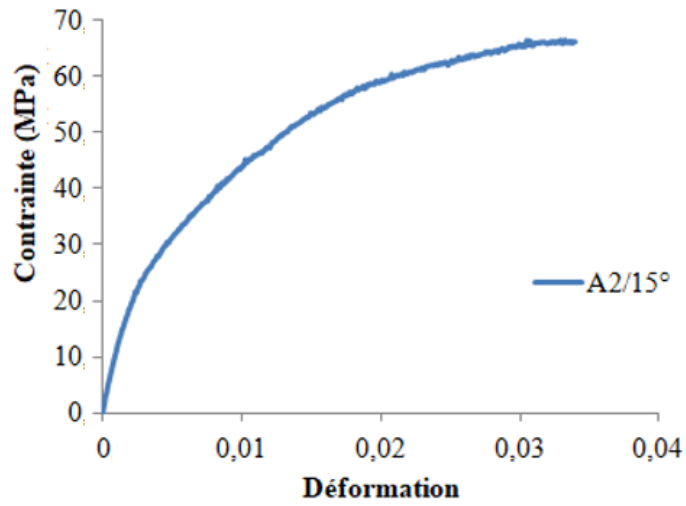


Figure IV.22 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (15°).

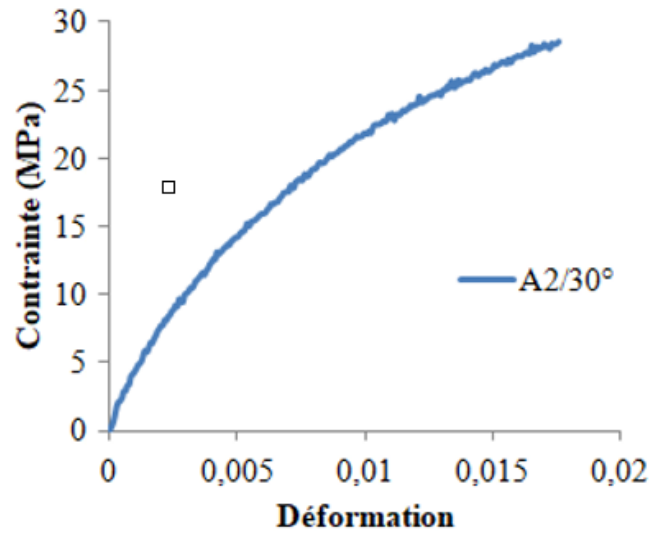


Figure IV.23 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (30°).

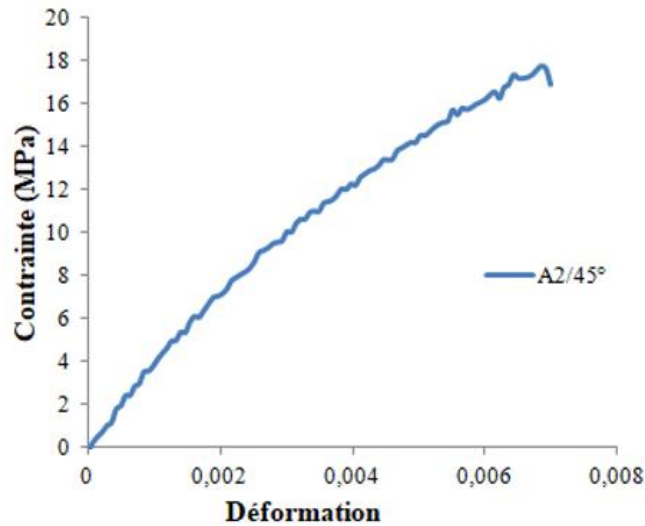


Figure IV.24 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (45°).

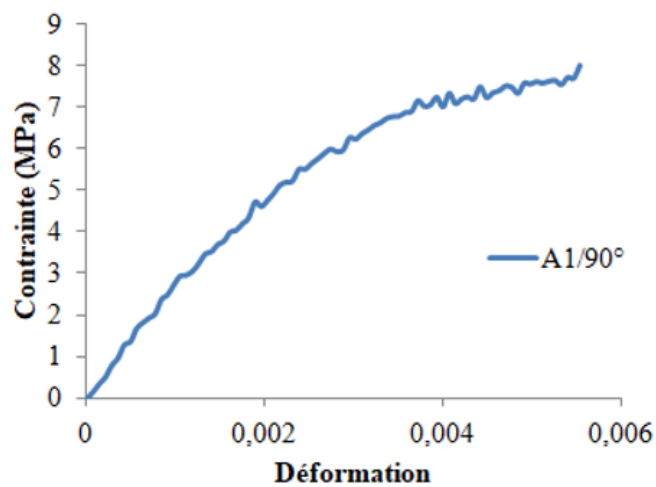


Figure IV.25 : Exemple d'une courbe contraintes/déformations du composite du lot A (90°).

IV.4.2.3. Interprétations des résultats

D'après la figure IV.20, nous observons que la courbe de traction obtenue pour le composite A/(0°), montre un comportement fragile avec une zone linéaire, correspondant au comportement élastique du composite, jusqu'au point de rupture qui se situe à un seuil de contrainte de 773 MPa et une déformation de 3%. A noter que la contrainte à rupture moyenne de toutes les éprouvettes à 0° est de 734 ± 33 MPa. L'analyse visuelle de l'éprouvette endommagée met en évidence des ruptures de fibres et de la matrice, des délaminages inter-plis comme indiqué sur la figure IV.26.

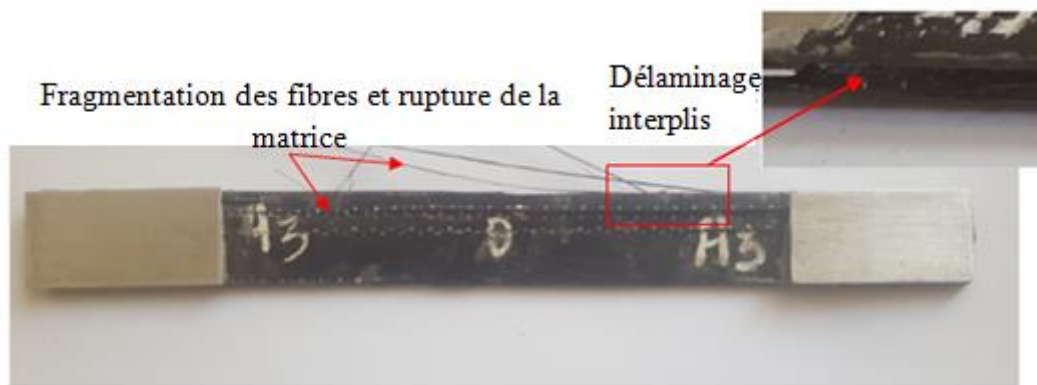


Figure IV.26 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(0°).

D'après la figure IV.21 nous relevons que la courbe de comportement en traction obtenue pour le composite A/(5°), nous permet de distinguer deux zones. Une zone non linéaire au début de chargement du matériau correspondant à un glissement de l'éprouvette au niveau des mors de la machine. Cette zone est suivie d'une reprise de charge sous forme d'une zone linéaire associée au comportement élastique du matériau avec une augmentation de l'effort jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette à une valeur de contrainte à rupture de 298 MPa et un allongement de 1.9%. Si, on néglige la première phase du comportement, due à un problème lors de l'essai, on peut conclure que le composite a un comportement fragile. L'analyse visuelle de l'éprouvette endommagée met en évidence des ruptures de fibres et de la matrice, des délaminages inter-plis comme indiqué sur la figure IV.27. Nous constatons ici que la rupture suit la direction des mèches.

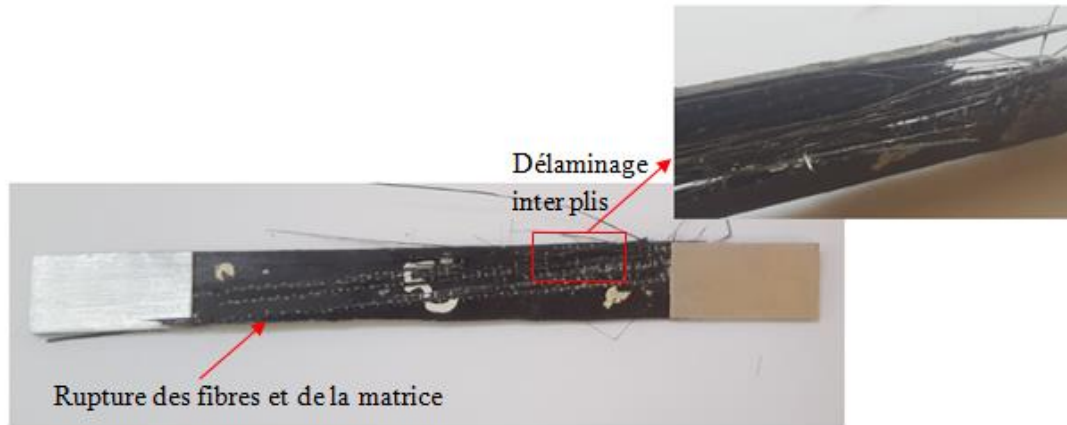


Figure IV.27 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(5°).

Par contre la courbe d'évolution contraintes/déformations du composite A/(15°) (figure IV.22) montre un comportement ductile avec une zone linéaire, associé au comportement élastique de matériau, suivie d'une zone non linéaire associée à l'apparition de premiers endommagements de la matrice et des fibres jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette. La rupture survient suivant la direction de l'orientation des fibres (figure IV.28) à une déformation d'environ 3,2%.

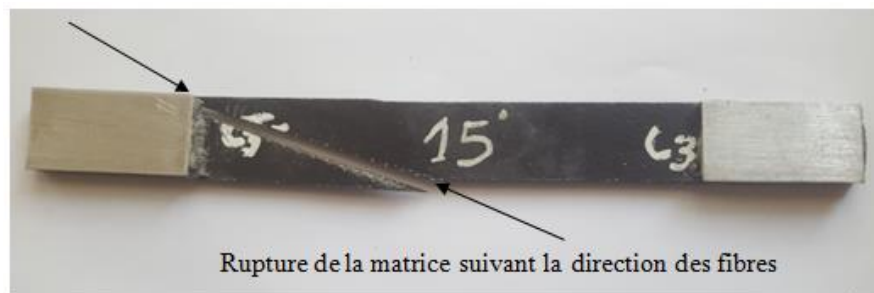


Figure IV.28 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(15°).

Le même comportement est observé dans le cas des éprouvettes A (30°). A (45°) et A (90°) comme on peut l'observer sur les figures IV.23, IV.24 et IV.25. Ainsi, on observe des courbes d'évolution contrainte déformation présentant une zone de comportement élastique linéaire du matériau au début de chargement suivi d'une phase de comportement non linéaire correspondant à l'endommagement successif du matériau. D'après les photographies des figures IV.29, IV.30 et IV.31, nous observons des ruptures de la matrice et des fibres qui suivent toujours la direction de l'orientation des mèches.

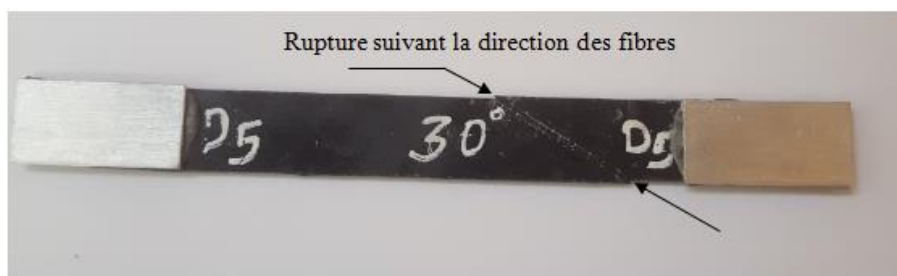


Figure IV.29 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A5/(30°).

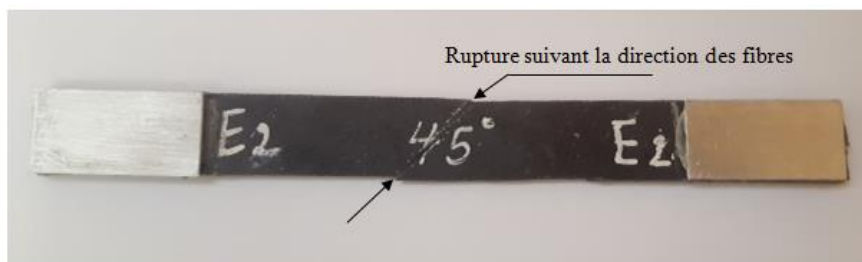


Figure IV.30 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A2/(45°).

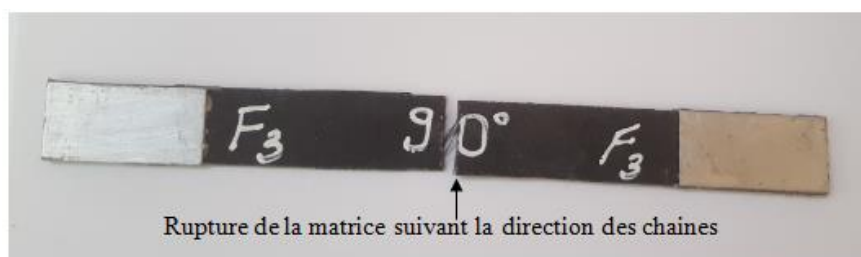


Figure IV.31 : Mode d'endommagement de l'éprouvette A3/(90°).

D'après les résultats de tableau IV.3, toutes les éprouvettes testées présentent des caractéristiques mécaniques similaires pour le même lot avec une légère dispersion de la contrainte à rupture. Cette dispersion est principalement dû à la présence potentielle de défauts (telles que les bulles d'air) qui influencent la résistance à la rupture. Les modules de Young sont obtenus par la courbe de tendance de régression linéaire de la partie élastique. Le module de Young est maximal pour le stratifié avec une orientation des fibres suivant la direction principale du renfort A (0°), et il diminue lorsqu'on s'éloigne de cet axe pour atteindre son minimum pour une orientation des fibres à $\theta=90^\circ$.

Au cours des essais de traction, on entend des craquements avant la rupture totale de l'échantillon, qui correspondent à l'endommagement successif dans le matériau. Nous obtenons une rupture nette de la matrice et des ruptures de fibres pour le matériau A (90°) correspondant à une rupture plate. Pour les autres lots la rupture suit la direction des fibres dans le matériau.

IV.4.2.4. L'effet de l'anisotropie

La figure IV.32 donne une comparaison des comportements des différents matériaux testés en traction en fonction de l'orientation du renfort dans le matériau par rapport à la sollicitation. La comparaison des valeurs des contraintes à rupture moyennes et des modules de Young mesurés pour le lot (A) montrent une diminution significative à partir d'une orientation de plus 5° entre l'axe principal du renfort et la sollicitation. Cet angle peut être pris comme seuil de dimensionnement de pièces en service pour les composites contenant plusieurs plis disposés dans la même direction.

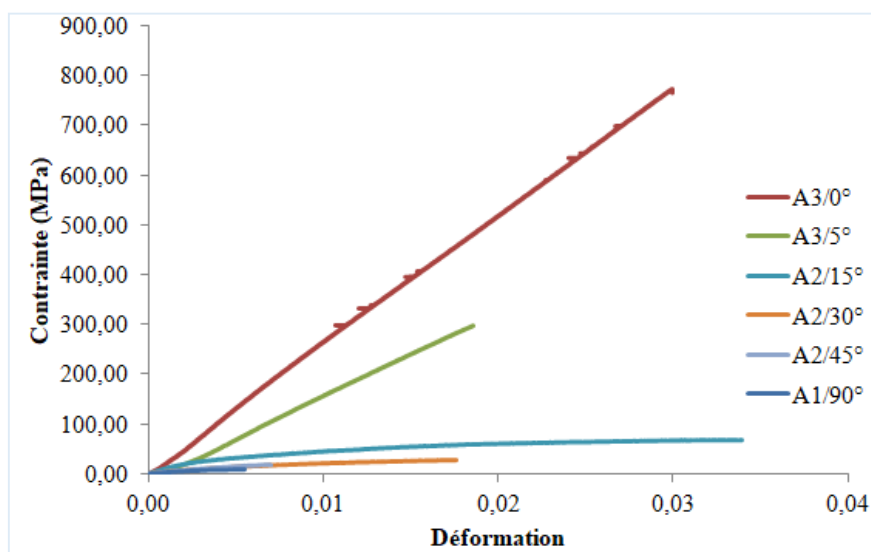


Figure IV.32 : Evolution contraintes/déformations du composite du lot(A).

L'évolution des paramètres élastiques et à rupture est illustrée par les figures IV.33 et IV.34. La contrainte à rupture et le module de Young diminuent en fonction de l'augmentation de l'angle d'orientation entre la sollicitation mécanique et l'axe principale du renfort UD. Ceci montre que la résistance à la rupture et la rigidité sont dépendantes de la direction de sollicitations. Cette chute de caractéristiques mécaniques est beaucoup plus prononcée à partir d'un angle de 5° . Un rapport du composite UD (0°) et UD (90°) est de 105 fois plus pour la contrainte à rupture et de 16 fois plus pour le module de Young. Cela est dû à la structure du renfort (tissu UD carbone) dans la direction des fibres UD (0°) c'est le renfort qui est sollicité par contre dans la direction transverse UD (90°) c'est la matrice qui est sollicitée et le renfort ne travaille pas selon cette direction.

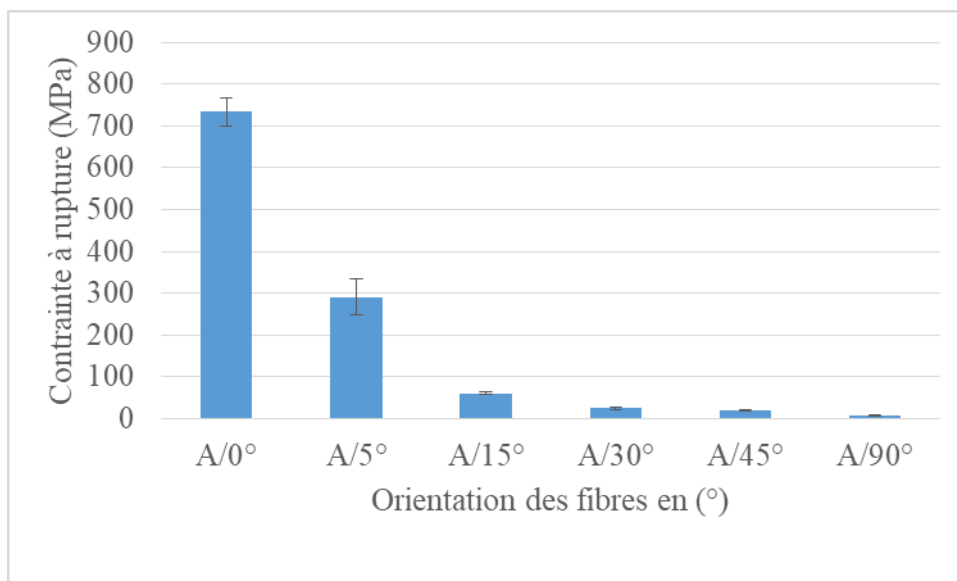


Figure IV.33 : Influence de l'anisotropie sur les contraintes à la rupture.

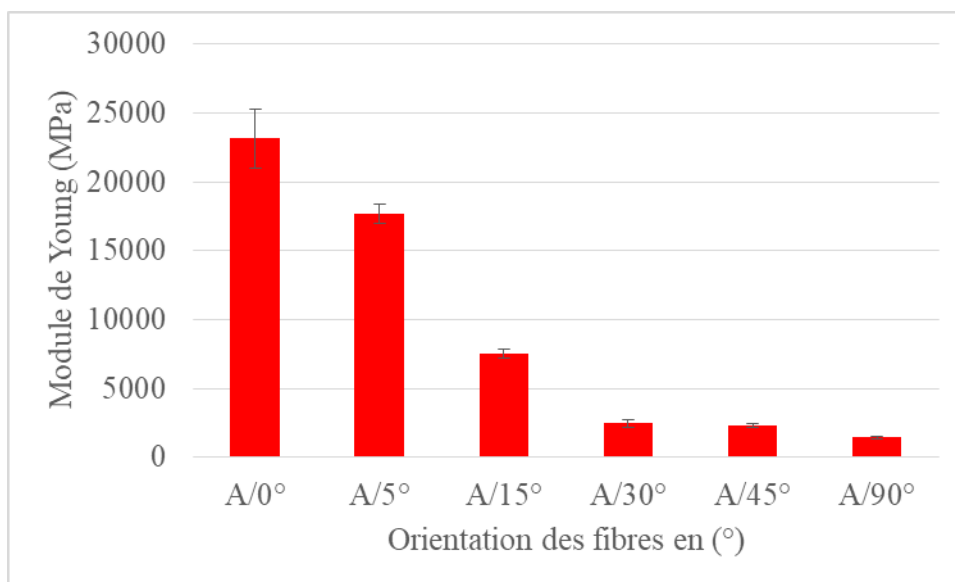


Figure IV.34 : Influence de l'anisotropie sur les modules d'élasticité.

IV.4.4. Essai de choc Charpy

Les essais de choc Charpy ont été effectués dans le but de voir la variation de l'énergie absorbée en fonction de l'angle de découpe des éprouvettes et de mettre en évidence les modes d'endommagements. L'essai Charpy consiste à mesurer l'énergie dissipée par le mouton pendule en mouvement pendulaire à la suite d'un choc sur une éprouvette à une vitesse donnée. Par la suite, on récupère l'énergie absorbée par une simple lecture sur l'écran de l'appareil. Cette mesure permet de calculer la résilience a_{cu} donnée par l'équation IV.10.

$$a_{cu} = \frac{U}{S} * 10^3 \quad (\text{KJ/m}^2) \quad (\text{IV.10})$$

avec : a_{cu} : Résilience (KJ/m^2) ;

U : Energie absorbée (J) ;

S : Surface rompue (mm^2).

IV.4.4.1. Eprouvettes utilisées en choc

La méthode de choc Charpy peut être utilisée pour établir des résultats comparatifs pour une famille propre de matériaux. Elle est applicable aux composites à matrices thermoplastiques et thermodurcissables renforcées par des fibres unidirectionnelles ou multidirectionnelles. Les échantillons entaillés ne conviennent généralement pas aux composites renforcés par des fibres longues. Dans ce cas, des échantillons non entaillés sont utilisés.

Des essais de percussion dits « normal à plat » ont été réalisés, comme représenté sur la figure IV.35. La position « à plat » indique la direction de percussion par rapport à l'épaisseur h et à la largeur b de l'éprouvette. Le terme « normal » indique la direction de percussion par rapport au plan du stratifié. Nous avons effectué des essais Charpy sur des éprouvettes non entaillées de dimensions $80*15*h \text{ mm}^3$ avec une distance entre appuis de 40 mm.

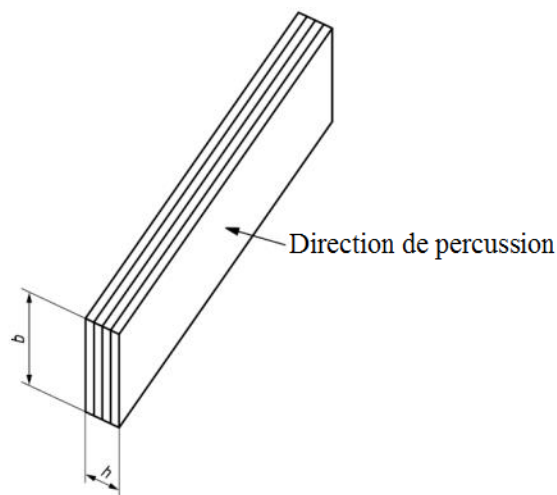


Figure IV.35 : Représentation schématique de l'éprouvette impactée.

IV.4.4.2. Mouton pendule utilisé

Le dispositif mouton Charpy Zwick 5101 utilisé est montré sur la figure IV.36. Il a les caractéristiques suivantes :

- Position de départ 160° ;
- Longueur de bras 390 mm ;
- Poids 150 Kg et une résolution 0.1 J pour l'énergie et 0.1° pour l'angle.

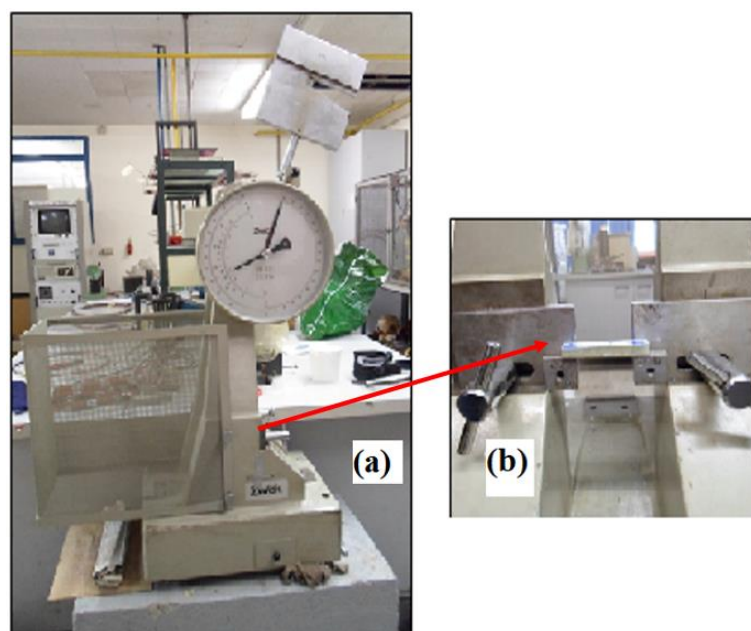


Figure IV.36 : a) Mouton pendule, b) Emplacement de l'éprouvette.

IV.4.4.3. Résultats des essais de choc

Les essais de choc sont effectués à une énergie d'impact de 15J (faible énergie d'impact) avec une vitesse de 3.85 m/s sur des éprouvettes qui ont les mêmes orientations que les essais de flexion déjà effectués. Dans ce qui suit un résumé des données moyennes des paramètres et des propriétés des éprouvettes testées par choc Charpy est illustré dans le tableau IV.4. L'analyse des faciès de rupture sera discutée en utilisant des examens macroscopiques visuels des mécanismes d'endommagement.

UD (0°)	Largeur b (mm)	Epaisseur h (mm)	Energie absorbée (J)	Résilience (KJ/m ²)
UD (0°)	14.47 ± 0.21	2.78 ± 0.07	8.22 ± 0.32	188.18 ± 8.16
UD (5°)	15.28 ± 0.23	2.80 ± 0.05	6.74 ± 0.37	157.47 ± 8.54
UD (15°)	15.81 ± 0.16	2.84 ± 0.04	6.30 ± 0.29	140.11 ± 8.31
UD (30°)	15.50 ± 0.27	2.86 ± 0.05	2.14 ± 0.20	48.29 ± 4.78
UD (45°)	15.78 ± 0.10	2.91 ± 0.04	1.16 ± 0.11	25.22 ± 2.26
UD (90°)	15.70 ± 0.39	2.92 ± 0.08	0.66 ± 0.05	14.41 ± 1.43

Tableau IV.4 : Résultats des essais Charpy du lot UD en fonction de l'orientation des fibres.

IV.4.4.4. Analyse des résultats

D'après le tableau IV.4, nous constatons que les valeurs de l'énergie absorbée par la rupture des éprouvettes ainsi que la résilience sont plus importantes pour le composite UD (0°). Elles diminuent tout en augmentant l'angle de sollicitation par rapport à la direction principal

du renfort. Une chute de ces caractéristiques est beaucoup plus prononcée à partir d'un angle de (15°) . Les caractéristiques de choc Charpy obtenues présentent une dispersion des résultats suivant toutes les directions de sollicitation. Cette dispersion est une caractéristique des matériaux hétérogènes.

Les faciès de rupture obtenus pour les composites UD (0°) et UD (5°) présentent des ruptures de fibres et de matrice avec un important délaminage inter pli (figure IV.38). Le délaminage est un phénomène de dissipation d'énergie qui indique que pour les éprouvettes de ces deux matériaux les caractéristiques de choc sont plus importantes par rapport aux autres qui ne contiennent pas de délaminage. Pour les stratifiés UD (15°) , UD (30°) et UD (45°) nous obtenons des ruptures qui suivent la direction des mèches du renfort UD qui se traduit par rupture de la matrice et des fibres (figure IV.37). Des ruptures en traction (Mode I) sont obtenues pour le matériau UD (90°) correspondant à une rupture plate des fibres et de la matrice (figure IV.37). Ces mêmes mécanismes d'endommagement sont obtenus pour les essais de flexion trois points.

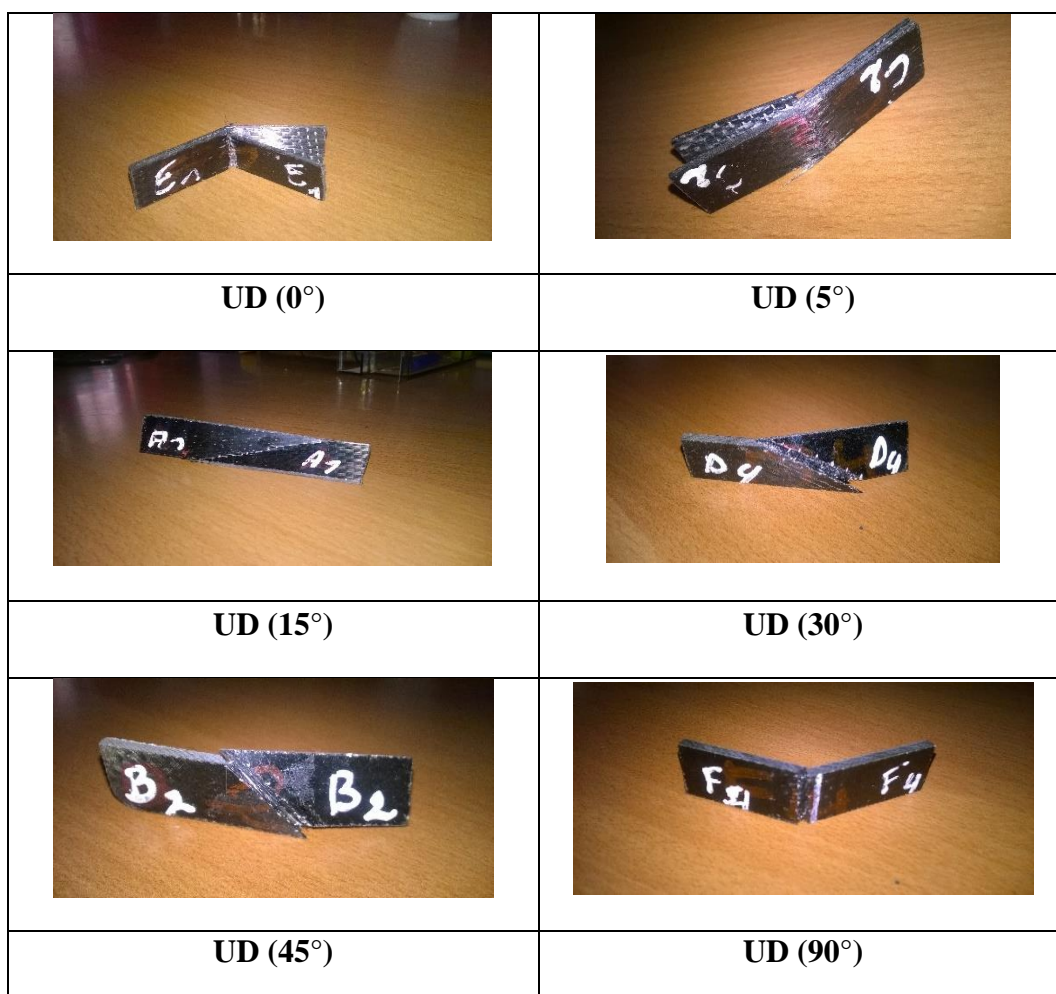


Figure IV.37 : Eprouvettes rompues par choc Charpy.

IV.4.4.5. Effet de l'anisotropie

Comme le montre les figure IV.38 et IV.39, l'énergie absorbée par la rupture des éprouvettes et la résistance au choc Charpy diminuent en fonction de l'augmentation de l'angle de découpe des éprouvettes par rapport à l'axe principale du renfort UD. Ceci montre que la résilience est dépendante de la direction de sollicitation. Cette chute de caractéristiques au choc Charpy est beaucoup plus prononcée à partir d'un angle de (15°). Un rapport de résilience est de 13 fois plus pour le composite UD (0°) et UD (90°). Cela est dû à la structure du renfort (tissu UD carbone). Dans la direction des fibres UD (0°) c'est le renfort qui est sollicité, par contre dans la direction transverse UD (90°) c'est la matrice qui est sollicitée et le renfort ne travaille pas selon cette direction.

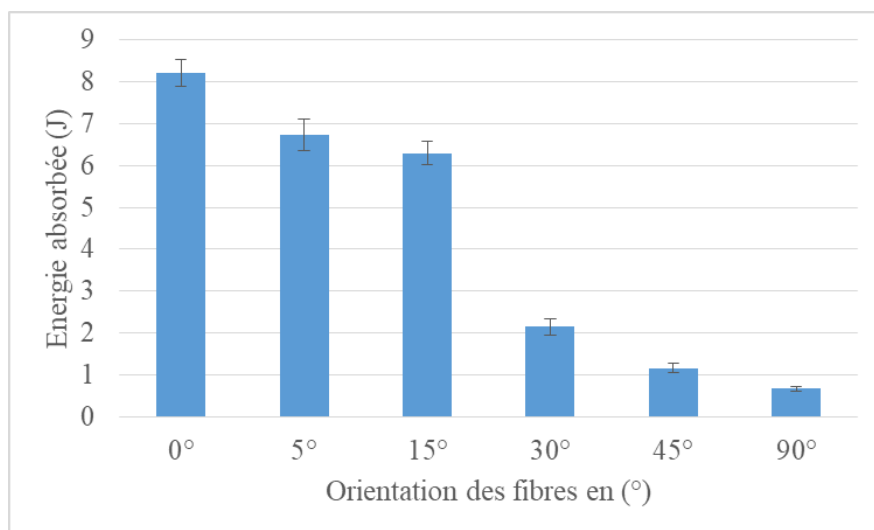


Figure IV.38 : Energie absorbée en fonction de l'orientation des fibres.

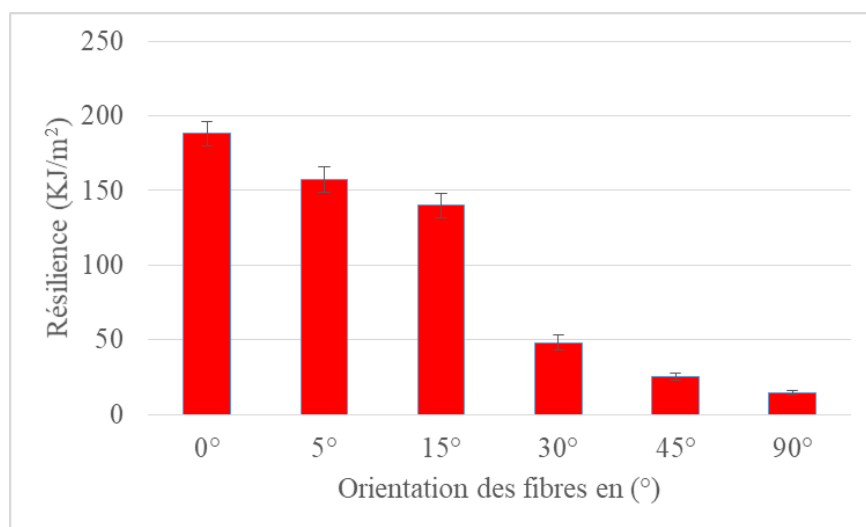


Figure IV.39 : Résilience en fonction de l'orientation des fibres.

IV.5. Conclusion

L'essai de flexion nous a permis de déterminer les caractéristiques mécaniques intrinsèques de nos matériaux, les mécanismes d'endommagement engendrés et de mettre en évidence l'effet de sollicitations hors axe principal du renfort UD. Ce dernier nous a permis de caractériser les interfaces entre les mèches. De faibles désorientations entre la direction des fibres et le grand axe des éprouvettes entraînent des diminutions importantes des caractéristiques mécaniques.

Le comportement en traction de composite UD à fibres de carbone a été caractérisé expérimentalement. Une influence notable est observée pour de la variation de l'angle de découpage des éprouvettes par rapport à l'axe principal du renfort (diminution de la contrainte à rupture et diminution de module de Young). Des endommagements de la matrice et des fibres ont été obtenus. Les ruptures suivent toujours la direction de l'orientation des mèches.

Les essais Charpy à faible énergie d'impact ont permis de montrer que les sollicitations hors axe du renfort UD ont un effet notable sur l'énergie absorbée et la résistance au choc. Les essais effectués présentent parfois une dispersion des caractéristiques intrinsèques des matériaux qui est une caractéristique des matériaux hétérogènes. Elles sont dues au mode d'élaboration des éprouvettes et à l'architecture du renfort UD utilisée. Les mêmes mécanismes d'endommagements ont été observés sur les essais de flexion simple et les essais de choc Charpy suivant les mêmes directions de sollicitation.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Nous avons pu voir que la modélisation complète (prise en compte des effets radiaux, des contraintes résiduelles), d'un point de vue mécanique, de cet essai est un problème complexe, non encore résolu. Néanmoins, il apparaît qu'une approche simple, qui évalue seulement une contrainte moyenne de cisaillement à l'interface, se révèle acceptable et représentative de la qualité de l'adhésion fibre/matrice. Nous obtenons ainsi une bonne évaluation relative des propriétés interfaciales. Le test pull-out, associé à une telle modélisation, devient alors un outil plutôt simple à utiliser tout en demeurant efficace.

Bien sûr, le problème d'une détermination absolue des caractéristiques interfaciales reste posé. En ce qui concerne l'évaluation précise de l'état des contraintes pendant le test, les études Ramen semblent riches d'enseignements. Ces essais peuvent constituer une référence, en particulier pour les procédures de recalage des approches par les éléments finis. Parallèlement, les études numériques (éléments finis ou autres...) doivent permettre d'étudier l'influence des « paramètres de chargement » (position et formes des lames...) ; ces études donnent généralement accès à des informations très précieuses sur l'ensemble des contraintes et notamment sur les contraintes radiales, ce qui ne peut fournir la spectroscopie Ramen.

La véritable maîtrise du test pull-out passe donc inévitablement par une analyse mécanique approfondie, associée à une bonne connaissance du comportement du matériau testé. Ceci n'est pas propre à cet essai mais très caractéristique de l'ensemble des techniques micromécaniques qui, toutes, pèchent généralement par la simplicité des hypothèses de calcul réalisées. On sait désormais que l'état de contraintes est complexe, mêlant traction et cisaillement. Dans ce cas, quel critère de rupture doit-on choisir ? Il apparaît nécessaire d'introduire un critère plus élaboré que le critère de rupture contrainte maximale.

Les essais mécaniques effectués sous sollicitations hors axes, ont permis de déterminer les caractéristiques mécaniques et de calculer les contraintes de cisaillement interlaminaire (ILSS) pour la flexion. Ces contraintes (ILSS), sont obtenues pour des faibles orientations des fibres par rapport à la direction principale du renfort. Nous avons trouvé que la contrainte de cisaillement égale à 17.67 MPa pour le stratifié UD (0°) et 15.81 MPa pour stratifié UD (5°). A partir de l'orientation de fibres à 15°, nous avons obtenu des endommagements de fibres et de la matrice qui suivent la direction de l'orientation des mèches dans le matériau. Les mêmes mécanismes d'endommagements ont été observés sur les essais de flexion en statique et en

dynamique suivant les mêmes directions de sollicitation. Ces essais permettent bien d'identifier les mécanismes de rupture pouvant se produire dans des structures en service.

Il apparaît désormais que toute interprétation du test de pull-out et de tout test micromécanique, en termes de caractéristiques interfaciales absolues, doit prendre en compte l'effet des contraintes radiales. Ceci limite sans doute les possibilités de résolution analytique au profit de méthodes numériques. Parallèlement à cet aspect mathématique, deux problèmes cruciaux devront alors être abordés :

- La détermination du critère de rupture ;
- La connaissance des contraintes résiduelles, dans le composite modèle et dans le composite réel.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] M. R. Piggott « Why interface testing by single-fibre methods can be misleading» *Composites Science and Technology* 1997; 51: 965-974.
- [2] Favre J P, Merienne M C. «Characterization of fibre/ resin bonding in composites using a pull-out test » *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 1981; 1: 311-316.
- [3] Penn L S, Lee S M. «Interpretation of the force trace for Kevlar/epoxy single filament pull-out tests» [J], *Fibre Science and Technology*, 1982; 17(2): 91-97.
- [4] Gaur U, Miller B. «Microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface: evaluation of experimental parameters» [J]. *Composites Science and Technology*, 1989; 34(1): 35-51.
- [5] Day R J, Cauich Rodrigues J V. « Investigation of the micromechanics of the microbond test» [J]. *Composites Science and Technology*, 1998; 58(6): 907-914.
- [6] Mandell, J. F. Chen, J. H. and McGarry, F. J., «A Microdebonding Test for in Situ Assessment of Fibre/Matrix Bond Strength in Composite Materials» *International Journal of Adhesion and Adhesives* 1980; vol. 1, No. 1, pp. 40–44.
- [7] Ho H, Drzal L T. «Evaluation of interfacial mechanical properties of fiber reinforced composites using the microindentation method » [J]. *Composites Part A: Applied Science Manufacturing*, 1996; 27(10): 961-971.
- [8] Herrera-Franco P J, Rao V, Drzal L T, et al. «Bond strength measurement in composites analysis of experimental techniques » [J]. *Compos Engineering*, 1992; 2(1): 31-45.
- [9] Wagner H D, Gallis H E, Wiesel E. «Study of the interface in Kevlar 49-epoxy composites by means of microbond and fragmentation tests: effects of materials and testing variables» [J]. *Journal of Materials Science*, 1993; 28(8): 2238-2244.
- [10] Zhandarov, S. F. and Pisanova, E. V., «The Local Bond Strength and Its Determination by Fragmentation and Pull-out Tests» *Composites Science and Technology* 1997; 57: 957–964.
- [11] Wu, Q., Li, M., Gu, Y., Li, Y., Zhang, Z., 2014. Nano-analysis on the structure and chemical composition of the interphase region in carbon fiber composite. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 56, 143–149.
- [12] Drzal, L.T., Rich, M.J. and Lloyd, P.F. (1983). Adhesion of graphite fibers to epoxy matrices, part I. The role of fiber surface treatment. *J. Adhesion* 16, 1-30.
- [13] Sottos, N.R., McCullough, R.L., Scott, W.R., 1992. The influence of interphase regions on local thermal displacements in composites. *Compos. Sci. Technol.* 44 (4), 319–332.
- [14] Metcalfe, A.G. (1974). *Interfaces in metal matrix composites. Composite Materials Series Volume I.* (A.G. Metcalfe ed.), Academic Press, New York, pp. 65-123.
- [15] Atkins, A.G., 1975. Intermittent bonding for high toughness/high strength composites. *J. Mater. Sci.* 10 (5), 819–832.
- [16] Hughes, J., 1991. The carbon fibre/epoxy interface—a review. *Compos. Sci. Technol.* 41 (1), 13–45.
- [17] Naslain, R.R., 1998. The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 29 (9), 1145–1155.
- [18] Gao, S.L., Mäder, E., 2002. Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 33 (4), 559–576.

- [19] Liu, L., Song, Y., Fu, H., Jiang, Z., Zhang, X., Wu, L., et al., 2008. The effect of interphase modification on carbon fiber/polyarylacetylene resin composites. *Appl. Surf. Sci.* 254 (17), 5342–5347.
- [20] J.K. Kim & Y.W. Mai, High Strength, High Fracture Toughness Fibre Composites with Interface Control A Review, *Composites Science and Technology* 1991; 41: 333-378.
- [21] Drzal L.T., Madhukar M «Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties» *Journal of Materials Science* 1993; 28: 569-610.
- [22] Kim, J.K. and Mai, Y.W. (1993). Interfaces in composites. In *Structure and Properties of Fiber Composites*, Materials Science and Technology, Series Vol. 13 (T.W. Chou ed.) Ch. 6, VCH Publication, Weinheim, Germany, pp. 239-289.
- [23] Kim, J.K., Mai, Y.W., 1998. *Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites*. Elsevier Science.
- [24] Jiang Xiaoyu, Kong Xiangan, Micro-mechanical characteristics of fiber/matrix interface in composite materials, *Composites Science and Technology* 59(1999) 635-642.
- [25] Drzal L. T. the Interphase in Epoxy Composites, *Advances in Polymer Science*, Editor: K. Dušek 1986; vol.75: pp 1-32.
- [26] M.R. Piggott, The Effect of the Interface/interphase on Fiber Composite Properties, *polymer Composites*, October 1987, Volume 8, Issue 5, pages 291–297, (Version of Record online: 30 AUG 2004).
- [27] J. K. Kim, L. Zhou, Y.W. Mai / Stress transfer in the fiber fragmentation test- Part I An improved analysis based on a shear strength criterion/ *Journal of Materials Science* 1993; 28: 6233-6245.
- [28] J. K. Kim, Y.W. Mai, Stress transfer in the fiber fragmentation test- Part II Multiple fiber composites, *Journal of Materials Science* 1995; 30: 3024-3032.
- [29] Andreas Bengtsson, Jenny Bengtsson, Kerstin Jedvert , et al. « Continuous Stabilization and Carbonization of a Lignin–Cellulose Precursor to Carbon Fiber » *ACS Omega* 2022, 7, 16793–16802.
- [30] Cox, H.L., J. « The elasticity and strength of paper and other fibrous materials» *British Journal of Applied Physics*. March 1952; Vol. 3, Issue 3: p. 72.
- [31] Rosen, B.W. (1964). Tensile failure of fibrous composites. *AIAA J.* 2, 1985-1991.
- [32] Kelly A., Tyson W.R., «Tensile properties of fiber-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum», *Journal of Mechanical Physics and Solids* 1965; 13: pp 329-350.
- [33] Drzal L.T., Rich M.J., Lloyd P.F. « Adhesion of graphite fibres to epoxy matrices: I. The role of fibre surface treatment» *J.Adhesion*, 1982, vol.16, pp.1-30.
- [34] Devaux E. « Influence de la presence de renforts et des conditions de mise en oeuvre sur la morphologie et les propriétés dans un composite polypropylene/fubres de verre » these de l'Université Claude Bernard-Lyon I, 10 juillet 1992.
- [35] Ahlstrom C. « Interface fibre de verre/matrice polyépoxy-Introduction d'une interphase à propriétés controlées » Thèse de l'INSA de Lyon, 1991.
- [36] Bertrand, S., Pailler, R., and Lamon, J., SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings. *Composites Science and Technology*, 2001. Vol. 61, p. 363-367.
- [37] Rebillat, F., et al., Oxidation Resistance of SiC/SiC Micro and Minicomposites with a Highly Crystallised BN Interphase. *J. Eurp. Ceram. Soc.*, 1998. Vol. 18, p.1809-1819.

- [38] Cherouali, H., et al., Influence of Serrated Sliding on Subsequent Steady Slip in Single Filament Model Composite SiC/Pyrex. *Scripta Materialia*, 1997. Vol. 36,N°11, p. 1283-1288.
- [39] A. Reuss Berechnung der Fliessgrenze von mischkristallen auf Grund der plastizitätsbedingung für Einkristalle *Z. Angew. Math. u. Mech.*, 1929; 9: pp. 49–58.
- [40] W. Voigt *Lehrbuch der Kristallphysik* Teubner, Berlin (1910).
- [41] Adams D.F. « A micromechanical analysis of the influence of the interface on the performance of polymer-matrix composites » *Proceedings of the American Society for Composites, Ist technical conference*, 1986, pp.207-226.
- [42] De Kok J.M.M., Venderbosch R.W., De Jong E.E., Meijer H.E.H. « Modelling of the interphase in transversely loaded carbon fibre reinforced composites ». *Proceeding of IPCM3*, 13-15 september 1993, Cambridge (UK).
- [43] Denison P., Jones F.R., Brown A., Humphrey P., Watts J.F « A micromechanical study of the interface bond in carbon fibre composites » *Proceedings of ICCM-6*, vol.5, pp5.423, 20- 24 July 1987, London (UK).
- [44] Mai Y.W. « Controlled interfacial bonding on the strength and fracture toughness of Kevlar and carbon fibre composites » *Journal of Materials Science Letters* 2 (1983) 723-725.
- [45] Barbier B., Vilatte M., Desarmot G. « Greffage électrochimique de fonction aminées en surface de fibres de carbone : effet sur la tenacité d'un composite carbone/époxy » *ECCM3*, Bordeaux, 20-23 mars 1989.
- [46] Puzanszky B., « Influence of interface interaction on the ultimate tensile properties of polymer composite » *Composites volume 21 number 3 may 1990* pp.225-262.
- [47] Singh, J.P., Singh, D., and Sutaria, M., S.K., *Ceramic composites: role of fiber and interface. Composites Part A.*, 1999. Vol. 30, p. 445-450.
- [48] Hinoki, T., et al., Effect of fiber coating on interfacial shear strength of SiC/SiC by nano-indentation technique. *J. of Nuclear Mat.*, 1998. Vol. 258-263, p.1567-1571.
- [49] Bertrand, S., Pailler, R., and Lamon, J., SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings. *Composites Science and Technology*, 2001. Vol. 61, p. 363-367.
- [50] Hinoki, T., et al., Effect of fiber coating on interfacial shear strength of SiC/SiC by nano-indentation technique. *J. of Nuclear Mat.*, 1998. Vol. 258-263, p. 1567-1571.
- [51] Singh, J.P., Singh, D., and Sutaria, M., S.K., *Ceramic composites: role of fiber and interface. Composites Part A.*, 1999. Vol. 30, p. 445-450.
- [52] Thouless, M.D., et al., Effects of interface mechanical properties on pull-out in a SiC fiber-reinforced lithium aluminium silicate glass. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1989. Vol. 72, n°4, p. 525-532.
- [53] Wu, Z.J., Ye, J.Q., Cabrera, J.G., 2000. 3D analysis of stress transfer in the micromechanics of fiber reinforced composites by using an eigen-function expansion method. *J. Mech. Phys. Solids* 48 (5), 1037–1063.
- [54] Tsai, H.C., Arocho, A.M., Gause, L.W., 1990. Prediction of fiber-matrix interphase properties and their influence on interface stress, displacement and fracture toughness of composite material. *Mater. Sci. Eng. A* 126 (1), 295–304.
- [55] Cech, V., Palesch, E., Lukes, J., 2013. The glass fiber–polymer matrix interface/interphase characterized by nanoscale imaging techniques. *Compos. Sci. Technol.* 83, 22–26.
- [56] Ivens J., Wevers M., Verpoest I., « the effect of carbon/epoxy interface on damage accumulation during fatigue » *ICCM 9*, ed A.Miravete, Woodhead Pub. Lim., Vol.2, pp724-731, Madrid, 12-16 July 1993.

- [57] Norita T., Matsui J., Matsuda H.S. « Effet of surface treatment of carbon fiber on mechanical properties of CFRP » Composite interfaces, H. Ishida and J.L. Koenig, Editor, Elsevier Science Publishing Co., Inc., 1986, pp.123-132.
- [58] Swain R .E., Reifsnider K.L., Jayaraman K., El-Zein .M. « Interface/interphase concepts in composite material system » Proceeding of the Américain Sociey for composite, 4th technical conference, oct. 3-5, 1989, Blackburg, Virginia, Technomic publishing co., Inc., pp.377-386.
- [59] J.K. Kim & Y.W. Mai, High Strength, High Fracture Toughness Fibre Composites with Interface Control A Review, Composites Science and Technology 1991; 41: 333-378.
- [60] Sclar, D.A. (1974). In Interfaces in Polymer Matrix Composites, Composite Materials, Vol. 6 (E.P. Plueddemann ed.), Academic Press, New York, pp. 217-284.
- [61] Wake, W.C. (1978). Theories of adhesion and uses of adhesives: A review. Polymer 19, 291-308.
- [62] Kinloch, A.J. (1980). Review - The science of adhesion, part 1, surface and interfacial aspects. J. Mater. Sci. 15, 2141-2166.
- [63] Kinloch, A.J. (1982). Review - The science of adhesion, part 2, mechanics and mechanisms of failure. J. Mater. Sei. 17, 617-651.
- [64] Hull, D. (1981). An Introduction to Composite Materials, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 36-58.
- [65] Adamson, A.W. (1982). In Physical Chemistry of Surfaces, 4th Edition, John Wiley and Sons, New York, pp. 294-318, 332-268.
- [66] Naslain, R. (1993). Fiber-matrix interphase and interfaces in ceramic matrix composites processes by CVI. Composite Interfaces 1, 253-286.
- [67] Maso, J.C. (1993). Interfaces in Cementitious Composites, E &FN Spon, London &New York.
- [68] Cotterell, B. and Mai, Y.W. (1996). Fracture Mechanics of Cementitious Materials, Blackie Academic and Professional, London, UK.
- [69] Ramanathan, T., Bismarck, A., Schultz, E. and Subramanian, K. «Investigation of the Influence of Acidic and Basic Surface Groups on Carbon Fibres on the Interfacial Shear Strength in an Epoxy Matrix by Means of Single-Fibre Pull-Out Test», Composite Science and Technology 2001; 61: 599–605.
- [70] Drzal, L. T., Sugiura, N. and Hook, D., ‘The Role of Chemical Bonding and Surface Topography in Adhesion between Carbon Fibers and Epoxy Matrices’, Composite Interfaces 4, 1997, 337–354.
- [71] Jacobasch, H. J., Grundke, K., Uhlmann, P., Simon, F. and Mäder, E., ‘Comparison of Surface Chemical Methods for Characterizing Fiber-Epoxy Resin Composites’, Composite Interfaces 3, 1996, 293–320.
- [72] Liu, F. P., Wolcott, M. P., Gardner, D. J. and Rials, T. G., ‘Characterization of the Interface between Cellulosic Fibers and a Thermoplastic Matrix’, Composite Interfaces 2, 1994, 419–432.
- [73] Nardin , M., Asloun, E. M. and Schultz, J., ‘Physico-Chemical Interactions between Carbon Fibers and PEEK’, in Controlled Interfaces in Composite Materials, H. Ishida (ed.), Elsevier, New York, 1990, pp. 285–293.
- [74] Nardin, M. and Schultz, J., ‘Relationship between Fibre-Matrix Adhesion and the Interfacial Shear Strength in Polymer-Based Composites’, Composite Interfaces 1, 1993, 172–192.
- [75] Nardin, M. and Schultz J., ‘Relations between Work of Adhesion and Equilibrium Interatomic Distance at the Interface’, Langmuir 12, 1996, 4238–4242.

- [76] Pisanova, E., and Mader, E., 'Acid-Base Interactions and Covalent Bonding at a Fiber-Matrix Interface: Contribution to the Work of Adhesion and Measured Adhesion Strength', *Journal of Adhesion Science Technol.* 14(3), 2000, 415–436.
- [77] Shen, W. and Parker, I. H., 'Surface Composition and Surface Energetics of Various Eucalypt Pulps', *Cellulose* 6, 1999, 41–55.
- [78] Rield, B. and Kamdem, P. O., 'Estimation of the Dispersive Component of Surface Energy of Polymer-Grafted Lignocellulosic Fibers with Inverse Gas Chromatography', *Journal of Adhesion Science Technol.* 6(9), 1992, 1053–1067.
- [79] Harkins, W. D., 'Surface Energy and the Orientation of Molecules in Surfaces as Revealed by Surface Energy Relations', *Z. Phys. Chem.* 139, 1928, 647–691.
- [80] Amateau, M.F. (1976). Progress in the development of graphite-Al composites using liquid infiltration technology. *J. Composite Mater.* 10, 289-296.
- [81] Mäder, E., Grundke, K., Jacobash, H. J. and Wachinger, G., «Surface, Interphase and Composite Property Relations in Fibre-Reinforced Polymers», *Composites* 1994; 25(7): 739–744.
- [82] Bismarck, A., Richter, D., Wuertz, C. and Springer, J., 'Basic and Acidic Surface Oxides on Carbon Fiber and Their Influence on the Expected Adhesion to Polyamide', *Colloids Surfaces A* 159, 1999, 341–350.
- [83] Ishida, H., Koenig, J.L. (1978). Fourier transformed infrared spectroscopic study of the silane coupling agent/porous silica interface. *J. Colloid. Interface Sci.* 64, 555-564.
- [84] Plueddemann, E.P., Stark, G.L. (1980). In Proc. 35th Annual Tech. Conf Reinf. Plast./Composite. SPI. Section 20-B.
- [85] Cazeneuve, C., Castle, J.E. and Watts, J.F. (1990). The structure of the interface in carbon fiber composites by scanning Auger microscopy. *J. Mater. Sci.* 25, 1902-1908.
- [86] Williams, J.G., Donnellan, M.E., James, M.R. and Morris, W.L. (1990). Properties of the interphase in organic matrix composites. *Mater. Sci. Eng. A126*, 305-312.
- [87] Garton, A. and Daly, J.H. (1985). Characterization of the aramid-epoxy and carbon-epoxy interphases. *Polym. Composites* 6, 195-200.
- [88] Thomason, J.L. (1990). Investigation of composite interphase using dynamic mechanical analysis: artifacts and reality. *Polym. Composites* 11, 105-113.
- [89] Buxton, A and Baillie, C.A. (1995). Predicting the behavior of the carbon-fiber/epoxy interface under different service conditions. *Composite InteJfaces* 3, 411-423.
- [90] Blackburn, L.D., Herzog, J.A., Meyerer, W.J., Snide, J.A., Stuhrke, W.F. and Brisbane, A.W. (1966). MAMS internal study on metal matrix composites, MAM-TM-66-3.
- [91] Rudy, E. (1969). A compendium of phase diagram, AFML-TR-65-2, Part V.
- [92] Becher, P.F. and Tiegs, T.N. (1987). Toughening behavior involving multiple mechanisms: whisker reinforcement and zirconia toughening. *J. Am. Ceram. Soc.* 70, 651-654.
- [93] CHRETIEN G., *Matériaux composites à matrice organique*, Tech. et Doc. Lavoisier, 1986.
- [94] ERICKSON P.W., PLUEDDEMANN E.P., *Composite materials, Vol.6: Interfaces in polymer matrix composites, Ch.1: The surface chemistry of moisture-induced composite failure*, Ed. Broutman, Krock & Plueddemann, Academic Press Inc. (1974) p 1-29.

- [95] BASCOM W.D., Composite materials, Vol.6: Interfaces in polymer matrix composites, Ch.3: Historical background of the interface - Studies and theories, Ed. Broutman, Krock & Plueddemann, Academic Press Inc. (1974) p 79-108.
- [96] DROWN E.K., DRZAL L.T., Characterization of the sizing interphase and its influence on the behavior of glass-fiber reinforced epoxy composites, ANTEC'92 Conference proceedings, Society of Plastics Engineers (SPE), DETROIT, USA (3-7 may 1992) pp 239-241.
- [97] Theocaris P.S., « the concept and properties of mesophase in composites » Composite interfaces, H. Ishida and J.L. Koenig, Editors, Elsevier Science Publishing Co., 1986, pp. 329-349.
- [98] Yulin Deng, Zuhua Zhang, Caijun Shi, et al. « Steel Fiber–Matrix Interfacial Bond in Ultra-High Performance Concrete: A Review » Engineering 22 (2023) 215–232.
- [99] Kelly. A, Tyson W.R « Fiber strengthened materials, in high strength material » V.F, Zackay Ed, J. Wiley & Sons, London (1964).
- [100] Lacroixa, C., Leguillona, D., and Martin, E. The influence of an interphase on the detection of a matrix crack in a ceramic-matrix composite, Composites Science and Technology, 2002, Vol. 62:p. 519–523.
- [101] Jean-wei Hao, Yan Zhao, Yun-feng Luo, Yan Wang, Da Chen, « Experiments and finite element simulation of interfacial properties for monofilament composites » New Carbon Materials, June 2014, 29(3): 176-185. Published by Elsevier.
- [102] Particle and Continuum Aspects of Mesomechanics Edited by G.C. Sih, M. Nait-Abdelaziz and T. Vu-Khanh , ISTE Ltd, 2007.
- [103] O. İnal, K.B. Katnam , P. Potluri and C. Soutis « Progress in interlaminar toughening of aerospace polymer composites using particles and non-woven veils » The Aeronautical Journal (2022), 126, pp. 222–248.
- [104] D. Hull , T. W. Clyne , 1996, An Introduction to Composite Materials (Cambridge Solid State Science Series) 2nd Edition.
- [105] Blassiau S, Thionnet A, Bunsell AR. Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 2: influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer. Compos Struct 2006;74(3):319–31.
- [106] Chou HY, Bunsell AR, Mair G, Thionnet A. Effect of the loading rate on ultimate strength of composites. Application: pressure vessel slow burst test. Compos Struct 2013;104:144–53.
- [107] Jean-Marie BERTHLOT « Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures » 4^{ème} édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.
- [108] S. S. Sonti and E. J. Barbero, «Determination of shear properties for RP pultruded composites » Journal of reinforced plastics and composites, vol. 14,390-401, April 1995.
- [109] Iosipescu, N., «New Accurate Procedure for Single Shear Testing of Metals», Journal of Materials 2(3), 1967, 537–566.
- [110] Roudet F., Desplanques Y., Degallaix S. / Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing/ International Journal of Fatigue 24 (2002) 327–337.
- [111] Pierron F. and Vautrin, A., «Measurement of the In-Plane Shear Strengths of Unidirectional Composites with the Iosipescu Test », Composites Science and Technology 57(12), 1653–1660, 1997.

- [112] Béatrice LARGE –TOUMI « Etude du comportement en fatigue de composite carbone époxyde : rôle de l'interface » Thèse de doctorat école centrale de LYON (1994).
- [113] AVESTON & KELLY (1973). Theory of multiple fracture of fibrous composites. *J. Mat. Sci.*, 1973, vol. 8, p. 352-62.
- [114] THOULESS M.D. & EVANS A.G. (1988). Effet of pull-out on the mechanical properties of ceramic matrix composites. *Acta Metall.*, 1988, vol. 36, n° 3, p. 517-22.
- [115] MARSHALL D. B. & EVANS A. G. (1985). Failure mechanisms in ceramic-fiber/ceramic matrix composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1985, vol. 68, n° 5, p. 225-31.
- [116] I. Verpoest, F. Jones/ *Interfacial Phenomena in Composite Materials '91*, Butterworth-Heinemann Ltd, 1991, Linacre House, Jordan Hill, Oxford OX2 8DP.
- [117] Vancso, GJ; Hillborg, H; Schonherr, H. «Chemical composition of polymer surfaces imaged by atomic force microscopy and complementary approaches». *Polymer analysis, polymer theory*. 2005, 182: 55-129.
- [118] J.L. THOMASON, D.W.DWIGHT. «XPS Analysis of the Coverage and Composition of the Coatings on Glass Fiber». *Adhes. Sci. Technol.* 2000, 14(5): 745-764.
- [119] J.L. Thomson, D.W. Dwight. «The use of XPS for Characterization of the Glass Fiber Coatings». *Composites: Part A*. 1999, 30: 1401-1413.
- [120] Y.Lu, J.F.Cai, G.Xue. «Molecular design of a soft interphase and its role in the reinforcing and toughening of aluminum powder-filled polyurethane». *Journal of Adhesion Science and Technology*, 2001, 15(1):71-82.
- [121] Jinmei He, Yudong Huang, Li Liu, et al. «Controlled interface between carbon fiber and epoxy by molecular self-assembly method». *Materials chemistry and physics*, 2006, 99(2-3): 388-393.
- [122] J.M.He, Y.D.Huang, L.H.Meng, H.L.Cao, H.B.Gu. «Effects of chain lengths, molecular orientation and functional groups of thiols adsorbed onto CF surface on interfacial properties of CF/epoxy composites». *Journal of applied polymer science*, 2009, 112: 3380-3387.
- [123] Broutman, L.J.; Sahu, S. «The effect of interfacial bonding on the toughness of glass filled polymers». *Material Science and Engineering*, 1971, 8(2): 98-107.
- [124] Zhandarov S., Edith Mäder , «Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters Serge» *Composites Science and Technology* 65 (2005) 149–160.
- [125] Antoine Le Duigou, Peter Davies, Christophe Baley « Durability of interface of interface in flax fibre/epoxy micro-composites» *Composites: Part A* 48 (2013) 121-128.
- [126] G.N. Frantziskonis, P.Theodore, E. M., Karpur, S. Krishnamurthy, P.D. Jero, fiber/matrix interface -information from experiments via simulation, *Composite Structures* 29 (1994) 231-247.
- [127] Y. Swolfs, I. Verpoest, L. Gorbatikh, A review of input data and modelling assumptions in longitudinal strength models for unidirectional fibre-reinforced composites, *Composite Structures* 150 (2016) 153–172.
- [128] CURTIN W. A. (1991). Fiber fragmentation in a single-filament composite. *Appl. Phys.Lett.*, 1991, vol. 58, n° 11, p. 1155-57.
- [129] HSUEH C.H. (1993). Analyses of slice compression tests for aligned ceramic matrix composites. *Acta Metall. Mater.*, 1993, vol.41, n° 12, p. 3585-93.

- [130] Mei Zu and al, The effective interfacial shear strength of carbon nanotube fibers in an epoxy matrix characterized by a microdroplet test, *Carbon* 50 (2012) 1271–1279.
- [131] S. Keusch, R. Haessler, « Influence of surface treatment of glass fibres on the dynamic mechanical properties of epoxy resin composites » *Composites: Part A* 30 (1999) 997–1002.
- [132] S. Keusch, H. Queck and K. Gliesche « Influence of glass fibre/epoxy resin interface on static mechanical properties of unidirectional composites and on fatigue performance of cross ply composites » *Composites Part A* 29A (1998) 701-705.
- [133] Longshan Bai, Changlin Cao, Liren Xiao, et al. « Structure insight into the interfacial effect of fiber-low density polyethylene composites by the combination of experiment and finite element simulation » *Polymer Testing* 111 (2022) 107597.
- [134] Hoecker, F., Friedrich, K., Blumberg, H. and Karger-Kocsis, J., « Effects of Fiber/Matrix Adhesion on Off-Axis Mechanical Reponse in Carbon-Fiber/Epoxy-Resin Composites », *Composites Science and Technology* 54, 1995, 317–327.
- [135] Herrera-Franco, P., Wu, W. L., Madhukar, M. and Drazl, L. T., « Contemporary Methods for Measurement of Fiber-Matrix Interfacial Shear Strength », 46th Annual Conference, Composite Institute, the Society of the Plastics Industry, Inc., February 18–21, 1991, Session 14B/1-6.
- [136] Christophe Baley, Peter Davies, Yves Grohens and Grégoire Dolto, « Application of Interlaminar Tests to Marine Composites. A Literature Review » *Applied Composite Materials* 11: 99–126, 2004.
- [137] ZeZhou He, YinBo Zhu, HengAn Wu, « Multiscale mechanics of noncovalent interface in graphene oxide layered nanocomposites » *Theoretical and Applied Mechanics Letters* 12 (2022) 100304.
- [138] Favre J.-P., «Caractéristiques physiques et hygrométriques des composites, Etude de l'interface» 8^{ème} Ecole d'hiver : Matériaux et structures composites - Méthodes de calcul et caractérisation (Tome 2), Université de Bordeaux 1- CODEMAC, Caeterets (27 jan- 2 fév 1990).
- [139] Chi Zhang, Mingyang Chen, Benoit Coasne, « Hygromechanics of softwood cellulosic nanocomposite with intermolecular interactions at fiber-matrix interface investigated with molecular dynamics » *Composites Part B* 228 (2022) 109449.
- [140] Guigon M., «Phénomènes interfaciaux dans un composite carbone/époxy- Etude par microscopie électronique par transmission», *Compte-rendus des Sixièmes Journées Nationales sur les Composites (JNCô)*, Paris, AMAC, Publ. J.-P. Favre & O. Valentin (11- 13 oct. 1988) pp. 131-145.
- [141] Jeannetaud P., Krawczak P., Beouignat r., Pabiot J., Lemascon A., Bord C., Vancon M., Bard M., *Atlas de fractographie de composites*, Colloque "La Construction Navale en Composites", Actes de Colloque n°15, IFREMER, Paris (7-9 déc. 1992) communication n°35, pp 365-374.
- [142] Castle J.E., Watts J.F., «Surface analytical techniques for studying interfacial phenomena in composite materials», *Proceedings of Interfacial Phenomena in Composite Materials (IPCM'89)*, Ed. F.R. Jones, Butterworth Publ., Sheffield UK (sept. 1989) pp 3-6.
- [143] THOMASON J.L., «Characterisation of fibre surfaces and the interphase in fiberreinforced polymer composites», *Proceedings of Interfacial Phenomena in Composite Materials (IPCM'89)*, Ed. F. R. Jones, Butterworth Publ., Sheffield UK (sept. 1989) pp 171-180.
- [144] Li Liu a et al « Review Interfacial characterization, control and modification of carbon fiber reinforced polymer composites » *Composites Science and Technology* 121 (5 September 2015) 56-72.
- [145] Manh Tien TRAN, « Caractérisation expérimentale et Modélisation numérique du comportement Thermomécanique à haute température des Matériaux composites renforcés par des fibres » Thèse de doctorat de l'université de Lyon, 16/07/2019.

- [146] Andreas J. Brunnera, Johann J. Schwiedrzikb, Gaurav Mohantyb, Johann Michlerb, « Fiber push-in failure in carbon fiber epoxy composites » *Procedia Structural Integrity* 28 (2020) 538–545.
- [147] CALDWELL D.L, BABBINGTON D.A., JOHNSON C.F., « Interfacial bond strength determination in manufactured composites, *Proceedings of Interfacial Phenomena in Composite Materials*, edited by F.R. Jones, 44-52, 1989.
- [148] KERANS R. J. , HAV R. S. , PAGANO N. J. & PARTHASARATHY T. A.(1989). The role of the fiber-matrix interface in ceramic composites. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 1989, vol.68, n° 2, p. 429-42.
- [149] Detassis M, Frydman E, Vrieling D, Zhou XF, Wagner HD, Nairn JA. Interface toughness in fibre composites by the fragmentation test. *Compos A: Appl Sci Manuf* 1996; 27(9):769–73.
- [150] Lacroix T, Tilmans B, Keunings R, Desaegeer M, Verpoest I. Modeling of critical fiber length and interfacial debonding in the fragmentation testing of polymer composites. *Compos Sci Technol* 1992; 43(4):379–87.
- [151] Zhao FM, Takeda N. Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites. Part I: experiment results. *Composite Part A: Appl Sci Manuf* 2000; 31(11):1203–14.
- [152] Fraser W.A., Ancker F.H., Di Benedetto A.T., 30th Annual Technical Conference, Reinforced Plastics/Composites Instituts, The Society of the Plastics Industry (SPI) (1975) Session 22-A.
- [153] Fraser W.A., Ancker F.H., Di Benedetto A.T., Elbirli b., Evaluation of surface treatment for fibers in composite materials, *Polymer Composites*, Vol.4, N°4 (oct.1983) pp 238-248.
- [154] Favre J.-P., « Review of test methods and testing for assessment of fibre/matrix adhesion », *Proceedings of Interfacial Phenomena in Composite: Materials (IPCM'89)*, Ed. F.R. Jones, Butterworth Publ., Sheffield UK (sept. 1989) pp 7-12.
- [155] Feillard P., Desarmot G., Dallies E., « Analyse critique du test de fragmentation appliqué aux systèmes verre/époxy », *Compte-Rendus des Sèmes Journées Nationales sur les Composites (JNC8)*, Palaiseau, 16-18 nov. 1992, AMAC, Paris (1992) pp 339-351.
- [156] Piggott M.R., Chua P.S., Andison D., « The interface between glass and carbon fibres thermosetting polymers », *Polymer Composites*, Vol.6, N°4 (oct.1985) pp 242-248.
- [157] Miller B., Muri P., Rebenfeld L., « A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface », *Composite Science and Technology*, 28 (1987) pp 17-32.
- [158] Mooney R.D., Mc GARRY F.J., 14th Annual Technical Conference Reinforced Plastics Div., The Society of the Plastics Industry (SPI) (1959) Session 12-E.
- [159] Broutman L.J., « Measurement of the fiber-polymer matrix interfacial strength, in *Interfaces in composites* », ASTM STP 452, ASTM, American society for Testing and Materials, (USA). Philadelphia (1969) pp 27-41.
- [160] S.J. Park, M.K. Seo, *Modeling of Fiber–Matrix Interface in Composite Materials*, *Interfaces Science and Technology*, Vol. 18, 2011, P. 739-776.
- [161] Brandon, D.G. & Fuller, E.R.Jr., *New Technique for Measuring Debond Strength and Interfacial Shear Resistance in Fiber-Reinforced Ceramic Matrix Composites (Abstract)*, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 1989, Vol. 10, N°7-8, p. 871.
- [162] Dong S, Gauvin R. Application of dynamic mechanical analysis for the study of the interfacial region in carbon fiber/epoxy composite materials. *Polym Compos* 1993; 14(5):414–420.
- [163] L. Tong, A.P. Mouritz and M.K. Bannister, *3D Fibre Reinforced Polymer Composites* 1 ed. Elsevier Science Ltd. 2002, Kidlington, Oxford OX5 1GB, UK.

- [164] A. Mlyniec, J. Korta, R. Kudelski, T. Uhl, The influence of the laminate thickness, stacking sequence and thermal aging on the static and dynamic behavior of carbon/epoxy composites, *Composite Structures* 118 (2014) 208–216.
- [165] Kessler, A. and Bledzki, A., «Correlation between Interphase-Relevant Tests and the Impact-Damage Resistance of Glass/Epoxy Laminates with Different Fibre Surface Treatments», *Composites Science and Technology* 60, 2000, 125–130.
- [166] P. Laurikainen, M. Kakkonen, M. von Essen, et al. « Identification and compensation of error sources in the microbond test utilising a reliable high-throughput device » *Composites Part A* 137 (2020) 105988.
- [167] Kelly, A., *Strong Solids*, 2nd Ed., Oxford University Press, 1973, Chap. 5.
- [168] Shaima Bellil, Delphin Pantaloni, Darshil U. Shah, et al. « Prediction of interfacial behaviour of single flax fibre bonded to various matrices by simulation of microdroplet test » *Composites Part C : Open Access* 11 (2023) 100351.
- [169] Shiriajeva G.V., Andreevskaya G.D. *Sov. Plastics*, 4:40, (1962).
- [170] Favre J.P., Perrin J., « Carbon fibre adhesion to organic matrices » *J. of Mat. Science*, 7 (1972), 1113-1118.
- [171] HAMPE A. *Amts und Mitteilungsblatt der BAM*, 18:3-3, (1988).
- [172] HAMPE A., BORO I., SCHUMACHER K. *Composites, France*, 29:3, (1989).
- [173] X.B. Zhang, H. Aljewifi, J. Li « Failure mechanism investigation of continuous fibre reinforced cementitious composites by pull-out behavior analysis» *Procedia Materials Science* 3 (2014) 1377-1382.
- [174] D. Badagliacco, B. Megna, A. Valenza « Induced Modification of Flexural Toughness of Natural Hydraulic Lime Based Mortars by Addition of Giant Reed Fibers » *Case Studies in Construction Materials* 13 (2020) e00425.
- [175] Piggott M.R. «Load bearing fibre composites» Pergamon Press 1980, pp. 83-87.
- [176] Piggott M.R., Sanadi A., Chua P.S., Andison D. «Mechanical interactions in the interphasial region of fibre reinforced thermosets » *Composite interfaces*, H. Ishida and J. L. Koenig, Editors, Elsevier Science Publishing Co., Inc., 1986, pp. 109-121.
- [177] Takaku A., Arridge R.G.C. «The effect of interfacial radial and shear stress on fibre pull-out in composites materials» *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 6, 1973.
- [178] Stang H., Shah S.P. «Characterization of Interfacial Bond in FRC Materials» *Toughening Mechanisms in Quasi-Brittle Materials*, 507-527. Kluwer Academic Publishers 1991.
- [179] S.M. Mirkhalaf, T.J.H. van Beurden, M. Ekh, « An FE-based orientation averaging model for elasto-plastic behavior of short fiber composites» *International Journal of Mechanical Sciences* 219 (2022) 107097.
- [180] Piggott M.R. «Interphase failure and friction: measurement and implications» *Proceeding of the American Society for Composites*, 4th technical conference, 3-5 October 1989, Blacksburg, Virginia, thechnomic publishing co., Inc., pp. 505-512.
- [181] Penn L.S., Chou C.T. «Identification of factors affecting single filament pull-out test results», *Journal of composites Technology and Research, JCTRER*, vol.12, No.3, Fall 1990, pp. 49-59.
- [182] Palley I., Stevans D. «A fracture mechanics approach to the single fibre pull-out problem as applied to the evaluation of the adhesion strength between the fibre and the matrix», *J. Adh. Sci. techn*, Vol.3 (2), pp. 141-153 (1989).

- [183] Pikethly M.J., Doble J.B. «characterizing the fibre/matrix interface of carbon reinforced composites using a single fibre pull-out test » composites volume 21 number 5 September 1990 pp. 389-395.
- [184] Desarmot G., Sanchez M. «Mesure de fortes contraintes de décohésion à l'interface fibre de carbon-résine : évaluation de l'efficacité d'un traitement de surface », Comptes rendus des JNC'4, Paris, 11-13 Septembre 1984, pp. 449-460.
- [185] Gaur U., Miller B. «Effects of environmental exposure on fibre/epoxy interfacial shear strength», Polymer Composites, August 1990, Vol. 11(4).
- [186] Scheer J., Nairn J.A., «Variational mechanics analysis of the stresses in microdrop debond specimens», Proceeding of ICCM8, S. W. Tsai and G. S. Springer, Stanford University, 1991.
- [187] Marotzke C. «The elastic stress field arising in the single fiber pull-out test » Composites Science and Technology 50 (1994) 393-405.
- [188] Galiotis C. « Interfacial studies on model composites by laser Raman spectroscopy» Composites Science and Technology 42 (1991), pp. 125-150.
- [189] M. S. Amer, M. J. Koczak, C. Galiotis, L. S. Schadler, «Environmental Degradation Studies of the Interface in Single-Filament Graphite/ Epoxy Composites Using Laser Raman Spectroscopy», Advanced Composites Letters, 3/1 17-20, (1994).
- [190] M.C. Andrews, R.J. Day, A.K. Patrikis and R.J. Young, «Deformation micromechanics in aramid/epoxy composites» COMPOSITES. VOL. 25 (7). (1994) 745-751.
- [191] Wenhui Gu, Jiarui Chen, Qirong Li, et al. «Experimental Study on the Bonding Performance between Fiber-Belt-Bar and Concrete » Buildings 2023, 13, 1547.
- [192] I. YE, A.K. Kaw, «Determination of mechanical properties of fiber-matrix interface from pushout test » Mechanical Engineering, University of south Florida (1999).
- [193] Rouby, D. & Reynaud, P., Fatigue Behaviour Related to Interface Modification During Load Cycling in Ceramic-Matrix Fibre Composites, *Comp. Sci. Tech.*, 1993, Vol. 48, p. 109-118.
- [194] Caldwell D.L., Jarvie D.A. « Determination of the interfacial strength of advanced composites» 33rd International SAMPE Symposium, Anaheim CA, March 7-10 1988.
- [195] Mandell, Grande D.H., Tsiang T.H. and McGarry F. J. « Modified microdebonding test for direct in situ Fibre/Matrix Bond Strength determination in fiber Composite» composite materials: Testing and Design (7th conference) ASTM STP 893, 1986, pp. 87-108.
- [196] Netravali A.N., Stone D., Ruoff S., Topoleski L.T.T. «Continuous microindenter push-through technique for measuring shear strength of fibre composites» Composites Science and Technology 34 (1989) 289-303.
- [197] Chen E.J.H, Young J.C. «The microdebonding testing system: a method of quantifying adhesion in real composites » Composites Science and Technology 42 (1991) 189-206.
- [198] B. Large-Toumi, M. Salvia, L. Carpentier, O. Veauville, P. Kapsa, L. Vincent «Microindentation technique for characterizing fibre/matrix interface of fibre reinforced polymers» EACM 6th European conference on composite materials, September 20-24, 1993, pp. 145-148, Bordaux-France . Editors: A.R. Bunsell, A. Kelly, A. Massiah.
- [199] Teklal F, Djebbar A, Allaoui S, Hivet G, Joliff Y, Kacimi B. A review of analytical models to describe pull-out behavior – fiber/matrix adhesion. *Composite Structure* 2018; 201:791–815. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.06.091>.
- [200] Wang, Q., Chiang, F.P., 1996. Experimental characterization of interphase mechanical properties of composites. *Compos. Part B Eng.* 27 (2), 123–128.

- [201] Priyank Upadhyaya, S. Kumar, “Micromechanics of stress transfer through the interphase in fiber-reinforced composites”, *Mechanics of Materials* 89 (2015) 190–201.
- [202] Bruker, AFM PROBES MPP-11100-10, (n.d.).
- [203] Joliff Y. , W. Rekik, L. Belec, J.F. Chailan, Study of the moisture/stress effects on glass fibre/epoxy composite and the impact of the interphase area. *Composite Structures* 2014; 108: 876–885.
- [204] D. Dugdale, “Yielding of steel sheets containing slits,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 8, Mai. 1960, pp. 100-104.
- [205] G. Barenblatt, “The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture,” *Advanced in Applied Mechanics*, Jun. 1962, p. 20.
- [206] A. Needleman, “A continuum model for void nucleation by inclusion debonding,” *Journal Applied Mechanics*, vol. 54, Sep. 1987, pp. 525-531.
- [207] B. Yang, S. Mall, et K. Ravi-Chandar, “A cohesive zone model for fatigue crack growth in quasibrittle materials,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 38, Mai. 2001, pp. 3927-3944.
- [208] G.T. Camacho et M. Ortiz, “Computational modelling of impact damage in brittle materials,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 33, Aoû. 1996, pp. 2899-2938.
- [209] P. Rahulkumar, A. Jagota, S.J. Bennison, et S. Saigal, “Cohesive element modeling of viscoelastic fracture : application to peel testing of polymers,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 37, Mar. 2000, pp. 1873-1897.
- [210] A. Corigliano, M. Ricci, R. Contro, D. Owen, E. Onate, et E. Hinton, *Proceedings of the Fifth International Conference on Computational Plasticity*, 1997, pp. 1168-1175.
- [211] I. Scheider et W. Brocks, “Cohesive elements for thin-walled structures,” *Computational Materials Science*, vol. 37, Aoû. 2006, pp. 101-109.
- [212] V. Tvergaard, “Effect of fiber debonding in a Whisker-reinforced metal,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 125, Jun. 1990, pp. 203-213.
- [213] V. Tvergaard et J. Hutchinson, “The relation between crack growth resistance and fracture process parameters inelastic-plastic solids,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 40, Aoû. 1992, pp.1377-1397.
- [214] X. Xu et A. Needleman, “Void nucleation by inclusion debonding in a crystal matrix,” *Modeling and Simulation in Materials Science en Engineering*, vol. 1, Jan. 1993, pp. 111-132.
- [215] M.G.A. Tijssens, L.J. Sluys, et E. van der Giessen, “Simulation of fracture of cementitious composites with explicit modeling of microstructural features,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 68, Jul. 2001, pp. 1245-1263.

- [216] J.H. Hanson, T.N. Bittencourt, et A.R. Ingraffea, "Three-dimensional influence coefficient method for cohesive crack simulations," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 71, Oct. 2004, pp. 2109-2124.
- [217] W. Zhang et X. Deng, "Formulation of a cohesive zone model for a Mode III crack," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 72, Aoû. 2005, pp. 1818-1829.
- [218] J. Rose, J. Ferrante, et J. Smith, "Universal binding energy curves for metals and bimetallic interfaces," *Physical Review Letters*, vol. 47, Aoû. 1981, pp. 675-678.
- [219] M. Ayatollahi et M. Aliha, "Fracture toughness study for a brittle rock subjected to mixed mode I/II loading," *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, vol. 44, Jun. 2007, pp. 617-624.
- [220] Q.D. Yang, M.D. Thouless, et S.M. Ward, "Elastic-plastic mode-II fracture of adhesive joints," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 38, Mai. 2001, pp. 3251-3262.
- [221] M. van den Bosch, P. Schreurs, et M. Geers, "An improved description of the exponential Xu and Needleman cohesive zone law for mixed-mode decohesion," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 73, Jun. 2006, pp. 1220-1234.
- [222] K.L. Roe et T. Siegmund, "An irreversible cohesive zone model for interface fatigue crack growth simulation," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 70, Jan. 2003, pp. 209-232.
- [223] Y. Sun, Y. Hu, et K. Liew, "A mesh-free simulation of cracking and failure using the cohesive segments method," *International Journal of Engineering Science*, vol. 45, Fév. 2007, pp. 541- 553.
- [224] S. Maiti, D. Ghosh, et G. Subhash, "A generalized cohesive element technique for arbitrary crack motion," *Finite Elements in Analysis and Design*, vol. 45, Jun. 2009, pp. 501-510.
- [225] M. Anvari, I. Scheider, et C. Thaulow, "Simulation of dynamic ductile crack growth using strain-rate and triaxiality-dependent cohesive elements," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 73, Oct. 2006, pp. 2210-2228.
- [226] ABAQUS 6.9, Abaqus/CAE User's Manual, Abaqus Keywords Reference Manual, Abaqus Theory Manual , Abaqus User Subroutines Reference Manual, 2009.
- [227] Jian-wei Hao, Yan Zhao, Yun-feng Luo, Yan Wang, Da Chen, « Experiments and finite element simulation of interfacial properties for monofilament composites » *New Carbon Materials*, June 2014; 29(3): 176-185. Published by Elsevier.
- [228] V. Bheemreddy, K. Chandrashekhara, L.R. Dharani , G.E. Hilmas, « Modeling of fiber pull-out in continuous fiber reinforced ceramic composites using finite element method and artificial neural networks » *Computational Materials Science* 79 (2013) 663–673.
- [229] Rolf Breitenbücher, Günther Meschke, Fanbing Song, Yijian Zhan, « Experimental, analytical and numerical analysis of the pullout behaviour of steel fibres considering different fibre types, inclinations and concrete strengths » *Structural Concrete* 15 (2014), No. 2.
- [230] Patricia KRAWCZAK « Essais des plastiques renforcés » am5405, techniques de l'ingénieur octobre 1997.

Résumé : L'objectif principal de cette thèse est de comprendre le comportement micromécanique des interfaces dans des matériaux composites à matrice polymère en utilisant le test d'arrachement (pull-out). Il est donc nécessaire de caractériser le comportement mécanique de la zone interfaciale de manière aussi détaillée que possible. Afin de résoudre le problème d'identification de la force de décohésion permettant la rupture de la liaison entre fibre et matrice.

Dans ce but nous avons proposé différents modèles d'éléments finis qui a été construite à l'aide du code de calcul Abaqus. L'interface est représentée à l'aide d'éléments cohésifs (MZC). Ces modèles sont développés pour étudier le comportement force-déplacement lors d'un essai d'arrachement des fibres dans des composites renforcés de fibres continues. Une étude paramétrique a été menée pour étudier la sensibilité de la ténacité de l'interface, comme le coefficient de frottement, l'épaisseur de la zone interfaciale, et les conditions aux limites.... Les modèles éléments finis ont été validés par comparaison avec les modèles analytiques et les résultats expérimentaux. Le comportement charge-déplacement prédit par le modèle analytique et le modèle d'éléments finis s'est révélé similaire pour divers paramètres étudiés dans cette étude.

La réponse du matériau à des sollicitations statiques (flexion, traction) ou dynamiques (Choc Charpy) permet de bien cerner la part jouée par l'interface fibre/matrice dans le comportement du matériau. Dans ce contexte des éprouvettes sont découpées à différents angles de 0°, 5°, 15°, 30°, 45° et 90° par rapport à la direction principale du renfort. Nous avons convenus d'appeler ces essais « hors axes ». Pour ces essais hors-axe, nous avons pu mettre en évidence l'effet de l'anisotropie du matériau composite à renfort unidirectionnel, et l'influence prépondérante de l'orientation des fibres sur les caractéristiques mécaniques....

Mots-clés : Interface, fibre, matrice, pull-out, hors-axe, éléments finis, élément cohésif.

Abstract : The main objective of this thesis is to understand the micromechanical behavior of interfaces in polymer matrix composite materials using the pull-out test. It is therefore necessary to characterize the mechanical behavior of the interfacial zone in as much detail as possible. In order to solve the problem of identifying the decohesion force required to break the bond between fiber and matrix.

For this purpose we proposed different finite element models that were built using the Abaqus calculation code. The interface is represented using cohesive elements (MZC). These models are developed to study the force-displacement behavior during a fiber pull-out test in continuous fiber reinforced composites. A parametric study was carried out to study the sensitivity of the interface toughness, such as the friction coefficient, the thickness of the interfacial zone, and the boundary conditions.... The load-displacement behavior predicted by the analytical and finite element models was found to be similar for various parameters investigated in this study.

The material's response to static (bending, tensile) or dynamic (Charpy Shock) stresses makes it possible to clearly identify the role played by the fiber/matrix interface in the behavior of the material. In this context, specimens are cut at different angles of 0°, 5°, 15°, 30°, 45° and 90° from the main reinforcement direction. We agreed to call these tests "off-axis". For these off-axis tests, we were able to highlight the effect of the anisotropy of the unidirectional reinforcement composite material, and the predominant influence of the orientation of the fibers on the mechanical characteristics....

Key-words : Interface, fiber, matrix, pull-out, off-axis, Finite Element, cohesive element.