

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE 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



# *Memoire de fin d'études*

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie Mécanique  
Option : Construction Mécanique

Thème

*Etude de l'effet du vieillissement en milieux contrôlés  
sur les propriétés mécaniques des composites  
carbone/époxy et fibre de verre E/vinylester ( $[0_4/90_4]$   
et  $[0_4/45_4]$ )*

Proposé et dirigé par :

*Mr. LARBI Saïd*

Réalisé par :

*Mr. BENZAADA Rachid*

Promotion 2012/2013

# Remerciements

*Je tiens à exprimer mes remerciements et ma profonde reconnaissance envers mon promoteur Mr. LARBI Saïd pour sa disponibilité, son exigence, ses conseils judicieux et son soutien permanent tout au long de ce travail. J'ai beaucoup appris en travaillant sous sa direction.*

*Mes vifs remerciements s'adressent à Mr. DJEBBAR Arezki pour avoir toujours accepté de répondre à mes questions.*

*Je remercie vivement Mr. KACIMI Bachir pour ses conseils et ses encouragements tout au long de ce travail.*

*Ma gratitude va tout autant aux membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'examiner ce mémoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de mon profond respect.*

*Ma reconnaissance va également à tous ceux qui ont contribué à ma formation ainsi que tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.*

# Dédicaces

*Je dédie ce travail*

*A mes très chers parents, sans lesquels rien ne serait possible. Pour tout le mal qu'ils se sont donnés, toutes les phrases du monde ne suffiront pas pour exprimer ma reconnaissance envers eux.*

*A mon cher petit frère pour qui je souhaite le meilleur.*

*A mes chers grands parents.*

*A toute ma famille, mes oncles, mes tantes.*

*A mes adorables amis : Cici, Ali, Salem, Yuva, Samy, Mohand-Saïd, Khalef, Aris.*

*A tous mes amis avec lesquels j'ai partagé mes moments de joie et de bonheur.*

*Que toute personne m'ayant aidé de près ou de loin, trouve ici l'expression de ma reconnaissance.*

Remerciements	
Dédicaces	
Table des matières	I
Liste des figures	VI
Liste des tableaux	XI
Liste des symboles	XIII
Introduction générale.....	1

**Chapitre I : Les matériaux composites à matrice organique**

I.1 Introduction.....	3
I.2 Classification d'un composite.....	3
I.3 Importance économique des C.M.O.....	4
I.4 Avantages et inconvénients composites/ matériaux métalliques.....	7
I.5 Constitution et rôle de chaque constituant.....	8
I.5.1 Matrices.....	8
I.5.1.1 Résines thermodurcissables.....	8
I.5.1.2 Résines thermoplastiques.....	9
I.5.1.3 Les résines thermostables.....	9
I.5.2 Charges et Additifs.....	10
I.5.2.1 Les charges.....	10
I.5.2.1.1 Charges renfoçantes.....	10
I.5.2.1.2 Les charges non renforçantes.....	12
I.5.2.2 Additifs.....	13
I.5.2.2.1 Lubrifiants et agents de démoulage.....	13
I.5.2.2.2 Pigments et colorants.....	13
I.5.2.2.3 Agent d'anti-retrait et agents de fluage.....	14
I.5.2.2.4 Agents anti ultra-violet.....	14
I.5.3 Renforts.....	14
I.5.3.1 Principales fibres.....	15
I.5.3.1.1 Fibres de verre.....	15
I.5.3.1.2 Fibres de carbone.....	15

I.5.3.1.3 Fibres aramides .....	15
I.5.3.1.3 Fibres céramiques .....	15
I.5.4 Caractéristiques mécaniques des fibres .....	16
I.5.5 Forme de renfort .....	16
I.5.5.1 Formes linéiques .....	17
I.5.5.2 Formes surfaciques .....	17
I.5.5.2.1 Les mats .....	17
I.5.5.2.2 Les tissus et rubans .....	18
I.5.5.3 Structures tissées multidirectionnelles .....	20
I.5.5.3.1 Tresses et préformes.....	20
I.5.5.3.2 Tissus multidirectionnels .....	21
I.6 Conclusion .....	22

## **Chapitre II : Procédés de fabrication des C.M.O**

II.1 Introduction.....	23
II.2 Mise en œuvre des matériaux composites .....	23
II.2.1 Moulage sans pression.....	23
II.2.1.1 Moulage au contact.....	24
II.2.1.2 Moulage par projection simultanée .....	25
II.2.2 Moulage sous vide .....	26
II.2.3 Moulage par compression.....	26
II.2.3.1 Moulage par injection de la résine.....	26
II.2.3.2 Moulage par compression à froid .....	27
II.2.3.3 Moulage par compression à chaud .....	27
II.2.3.4 Moulage par injection.....	28
II.2.4 Moulage en continu .....	29
II.2.6 Moulage par centrifugation.....	30
II.2.7 Moulage par enroulement filamentaire.....	31
II.2.7.1 Enroulement circonférentiel .....	32
II.2.7.2 Enroulement hélicoïdal.....	32
II.2.7.2.1 Enroulement discontinu .....	33
II.2.7.2.2 Enroulement continu.....	33

II.2.7.2.3 Enroulement polaire .....	34
II.2.8 Mandrins .....	35
II.2.9 Les compounds de moulage .....	36
II.2.9.1 Généralités .....	36
II.2.9.2 Principe .....	36
II.2.9.3Elaboration.....	37
II.2.9.4 Mise en œuvre .....	38
II.3 Conclusion .....	39

### **Chapitre III : Vieillessement des matériaux composites à matrice organique**

III.1 Introduction .....	40
III.2 Définition.....	40
III.3 Vieillessement naturel et accéléré.....	40
III.4 Corrélation entre le vieillessement naturel et accéléré .....	41
III.5 Mécanismes de vieillessement.....	43
III.5.1 Vieillessement physique .....	43
III.5.2 Vieillessement chimique.....	44
III.5.3 Dégradation de l'interface fibre/matrice .....	45
III.5.4 Dégradation des fibres.....	46
III.5.5 Dégradation de la matrice .....	46
III.6 Loi et modèles de diffusion .....	47
III.6.1 Diffusion Fickienne.....	47
III.6.2 Influence du taux d'humidité relative .....	51
III.6.3 Influence de la température .....	52
III.6.4 Diffusion non fickienne.....	54
III.7 Méthodologie d'étude (protocole, éprouvette, exposition).....	55
III.7.1 Eprouvettes d'essai.....	55
III.7.1.1 Composites à matrice organique représentatifs.....	56
III.7.1.2 Conditionnement des éprouvettes .....	56
III.7.1.3 Essais mécaniques .....	57
III.7.2 Moyens d'exposition .....	57

III.8 Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques .....	59
III.8.1 Evolution des propriétés en flexion.....	59
III.8.2 Evolution des propriétés en traction.....	60
III.8.3 Vieillissement par absorption du solvant en fonction de la stratification .....	61
III.8.4 Evolution des propriétés après séchage.....	62
III.9 Conclusion.....	62

## **Chapitre IV : Etude expérimentale du vieillissement en milieu contrôlé des C.M.O**

IV.1 Introduction.....	63
IV.2 Présentation des matériaux.....	63
IV.2.1 Fibre de verre E.....	64
IV.2.2 Résine vinylester .....	64
IV.2.3 Fibre de carbone.....	64
IV.2.4 Résine époxy .....	64
IV.3 Elaboration des plaques .....	65
IV.3.1 Procédé d'obtention : élaboration « classique » du stratifié .....	65
IV.3.2 Architecture et désignation .....	66
IV.4 Découpe et géométrie des éprouvettes.....	67
IV.5 Protocole expérimental .....	68
IV.5.1 Essais de perte au feu .....	68
IV.5.2 Vieillissement par absorption du solvant.....	70
IV.5.2.1 Essais d'absorption en eau .....	70
IV.6 Résultats de la diffusion moléculaire .....	76
IV.6.1 Exposition à 40°C .....	76
IV.6.2 Exposition à température ambiante.....	80
IV.6.3 Observations visuelles.....	84
IV.6.4 Effets du séchage des éprouvettes suite au vieillissement .....	85
IV.7 Caractérisation en flexion trois points .....	87
IV.7.1 Caractérisation des éprouvettes non vieilles en flexion trois points .....	89
IV.7.2 Caractérisation des éprouvettes vieilles en flexion trois points.....	94
IV.7.2.1 Eprouvettes vieilles a 40°C.....	94

IV.7.2.1.1 Résultats, comparaison et discussion .....	100
IV.7.2.1.2 Tableau récapitulatif de l'effet du vieillissement hygrothermique sur les matériaux composites à matrice organique .....	103
IV.8 Discussion générale.....	103
IV.9 Conclusion.....	105

## **Chapitre V : Application de la théorie des stratifiés**

V.1 Les structures composites (Stratifiés) .....	106
V.2 Constitution et désignation .....	107
V.2.1 Désignation.....	107
V.2.2 Constitution .....	108
V.3. Calcul de stratifiés .....	108
V.3.1 Les fractions massiques et volumiques .....	108
V.3.1.1 Fractions volumiques .....	108
V.3.1.2 Fractions massiques.....	109
V.3.2 Constitution d'un matériau composite unidirectionnel .....	110
V.3.2.2 Détermination des caractéristiques mécaniques des composites .....	110
V.3.2.3 Matériau composite en dehors de ses axes principaux.....	111
V.3.2.4 Etat de contraintes planes .....	117
V.3.2.5 Théorie classique des stratifiés (sans cisaillement transverse .....	118
V.3.2.6 La théorie des stratifiés (Avec cisaillement transverse .....	119
V.3.2.6.1 Champ des déformations .....	122
V.3.3 Considérations en flexion pure.....	122
V.3.3.1 Expressions générales.....	124
V.3.4 Application de la théorie des stratifiés aux matériaux utilisés .....	128
V.3.5 Effet du vieillissement sur la résistance des couches .....	142
V.4 Conclusion .....	143
Conclusion générale et perspectives .....	144
Annexes .....	145
Références bibliographiques .....	159

## Chapitre I : Les matériaux composites à matrice organique

Figure 1.1 : Chaîne et trame d'un tissu .....	18
Figure 1.2 : Les principaux types d'armures utilisées pour le tissage des tissus .....	19
Figure 1.3 : Tissages cylindrique et conique .....	21
Figure 1.4 : Tissage 3D orthogonal .....	21
Figure 1.5 : Tissage 4D .....	22

## Chapitre II : Procédés de mise en forme des C.M.O

Figure 2.1 : Principe du moulage au contact .....	24
Figure 2.2 : Moulage par projection simultanée .....	25
Figure 2.3 : Moulage sous vide ou par dépression .....	26
Figure 2.4 : Moulage par injection de résine .....	27
Figure 2.5 : Moulage par compression à froid .....	28
Figure 2.6 : Moulage par compression à chaud .....	28
Figure 2.7 : Moulage par injection .....	29
Figure 2.8 : Moulage en continu de plaques .....	30
Figure 2.9 : Moulage en continu de panneaux ondulés .....	30
Figure 2.10 : Moulage par pultrusion .....	31
Figure 2.11 : Moulage par centrifugation .....	32
Figure 2.12 : Principe de l'enroulement circonférentiel .....	33
Figure 2.13 : Moulage par enroulement discontinu .....	34
Figure 2.14 : Enroulement hélicoïdal continu .....	34
Figure 2.15 : Enroulement polaire .....	35
Figure 2.16 : Différentes distributions des fibres dans les SMC .....	36
Figure 2.17 : Principe d'élaboration d'un SMC-R .....	37
Figure 2.18 : Principe d'élaboration d'un SMC-C/R .....	38
Figure 2.19 : Moulage par compression à partir d'un compound .....	39
Figure 2.20 : Coffret de comptage électrique pour maisons individuelles .....	39

### Chapitre III : Vieillessement des composites à matrice organique

Figure 3.1 : Courbe de vieillissement « échelle semi –logarithmique » .....	42
Figure 3.2 : Cinétique classique d'évolution des propriétés mécanique des matériaux soumis au vieillissement.....	42
Figure 3.3 : Pénétration d'un solvant dans un polymère.....	44
Figure 3.4. Réaction de l'hydrolyse	44
Figure 3.5 : Réaction chimique en présence de l'agent de couplage .....	45
Figure 3.6 : Courbe de diffusion de type Fick.....	50
Figure 3.7 : Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites carbone/époxyde et résines époxydes en fonction du degré d'humidité HR% .....	51
Figure 3.8 : Lois d'Arrhenius des coefficients de diffusion de résine époxy vieillie en immersion ou en milieu humide à différentes températures (échantillons d'épaisseur 2mm).....	53
Figure 3.9 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickienne.....	54
Figure 3.10 : Courbes représentatives de la diffusion moléculaire de la résine époxy pure et du composite carbone /époxy en immerges en eau de mer et eu déminéralisée .....	59
Figure 3.11 : Evolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en fonction de la température d'immersion .....	60
Figure 3.12 : Charge maximale de traction supportée en fonction du temps d'exposition.....	61
Figure 3.13 : Evolution du module de flexion en fonction du temps d'exposition des échantillons en eau de mer .....	61
Figure 3.14 : Evolution du module de flexion en fonction du temps d'exposition des échantillons en eau du robinet.....	62

### Chapitre IV : Etude expérimentale du vieillissement en milieu contrôlé sur les propriétés mécaniques des composites à matrice organique

Figure 4. 1 : Disposition du moulage en sac du stratifié en autoclave .....	65
Figure 4. 2 : Cycle de polymérisation- paramètres de réglage de l'autoclave .....	66
Figure 4.3: Stratifié [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ].....	66
Figure 4.4: Stratifié [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ].....	67

Figure 4.5 : Machine de découpe .....	67
Figure 4.6 : Dimensions des éprouvettes obtenues par découpe .....	68
Figure 4.7 : a) Creuset en céramique, b) Balance PIONNER .....	68
Figure 4. 8 : Résultats visuels de la perte au feu .....	69
Figure 4.9 : Dimensions des échantillons utilisés pour les mesures d'absorption d'eau .....	72
Figure 4. 10 : Etapes du cyclage thermique en étuve .....	73
Figure 4.11 : Etuve thermique.....	74
Figure 4.12 : Environnements d'exposition : a) Eau distillée à 40°C, b) Eau de mer à 40°C, c) Eau distillée à température ambiante, d) Eau de mer à température ambiante .....	75
Figure 4. 13 : Courbes d'absorption d'eau distillée par le Verre E/Vinylester [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à 40° C.....	76
Figure 4. 14 : Courbes d'absorption d'eau de mer par le Verre E/Vinylester [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à 40° C.....	77
Figure 4. 15 : Courbes d'absorption d'eau distillée par le Carbone/Epoxy [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à 40° C.....	78
Figure 4. 16 : Courbes d'absorption d'eau de mer par le Carbone/Epoxy [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à 40° C.....	79
Figure 4.17 : Courbes d'absorption d'eau distillée par le Verre E/Vinylester [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à température ambiante.....	80
Figure 4.18 : Courbes d'absorption d'eau de mer par le Verre E/Vinylester [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à température ambiante.....	80
Figure 4.19 : Courbes d'absorption d'eau distillée par le Carbone/Epoxy [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à température ambiante.....	81
Figure 4.20 : Courbes d'absorption d'eau de mer par le Carbone/Epoxy [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] et [0 <sub>4</sub> /45 <sub>4</sub> ] à température ambiante .....	81
Figure 4.21 : Evaluation de l'énergie d'activation du V/V [0 <sub>4</sub> /90 <sub>4</sub> ] en eau distillée .....	84
Figure 4.22 : Changement d'aspect des composites ayant fait l'objet de l'étude au cours du vieillissement en immersion à 40°C : 1) Matériau vierge ; 2) Vieilli en eau distillée ; 3) Vieilli en eau de mer.....	84
Figure 4.23 : Séchage à 40°C des échantillons verre E/vinylester vieillis à 40°C dans les deux milieux.....	85

Figure 4.24 : Séchage à 40°C des échantillons carbone/époxy vieilliss à 40°C dans les deux milieux.....	85
Figure 4.25 : Essai de flexion trois points.....	87
Figure 4.26 : Machine de flexion .....	89
Figure 4. 27: Flexion trois points en disposant la partie +45° ou +90° sur les pannes .....	90
Figure 4.28 : Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Verre/Vinylester [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] .....	91
Figure 4.29 : Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Verre/Vinylester [45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] .....	92
Figure 4.30 : Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ].....	93
Figure 4.31 : Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ].....	94
Figure 4.32 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau distillée.....	95
Figure 4.34: Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone/Epoxy [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau distillée.....	96
Figure 4.35 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone/Epoxy [45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau distillée.....	96
Figure 4. 36: Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau de mer .....	97
Figure 4.37 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau de mer .....	98
Figure 4.38 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone /Epoxy [90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau de mer .....	99
Figure 4.39 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone /Epoxy [45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ] vieilli en eau de mer .....	100
Figure 4. 40 : Evolution du module de flexion en eau de mer et déminéralisée à 40°C .....	101
Figure 4. 41 : Evolution de la contrainte à la rupture en eau de mer et déminéralisée à 40°C ....	101
Figure 4. 42 : Evolution de la déformation à la rupture en eau de mer et déminéralisée à 40°C.	102

## Chapitre V : Application de la théorie des stratifiés

Figure 5.1 : Stratifié constitué de couches parfaitement liées .....	107
Figure 5.2(a) : [-45/45/-45/-45/45/-45].....	108
Figure 5.2(b) : [0/45/45/90/-45/-45/0] .....	108
Figure 5.3 : Composite unidirectionnel.....	110
Figure 5.4 : Schéma simplifié d'une traction longitudinale .....	111
Figure 5.5 : Schématisation par couches d'un composite unidirectionnel .....	112
Figure 5.6 : Schéma par couches d'une traction longitudinale .....	114
Figure 5.7 : Schéma par couches d'un essai de cisaillement longitudinal .....	116
Figure 5.8 : Déformations en cisaillement de la matrice et de la fibre .....	116
Figure 5.9 : Axes principaux (1, 2, 3) d'une couche de stratifié et axes de référence (1', 2', 3) = (x, y, z) du stratifié .....	117
Figure 5.10 : Déformation dans le cas d'un schéma du 1 <sup>er</sup> degré avec cisaillement transverse ..	122
Figure 5.11 : Élément de poutre .....	124
Figure 5.12 : Effet du couplage flexion-torsion dans le cas de la flexion d'une poutre constituée d'un matériau stratifié .....	126
Figure 5.13 : Schéma de l'architecture des matériaux utilisés .....	129
Figure 5.14 : Moment fléchissant maximal en flexion trois points.....	132

**Chapitre I : Les matériaux composites à matrice organique**

Tableau 1.1 : Caractéristiques des résines thermodurcissables.....9  
 Tableau 1.2 : Caractéristiques des résines thermoplastiques.....9  
 Tableau 1.3 : Caractéristiques mécaniques des fibres.....16

**Chapitre II : Les procédés de mise en forme des C.M.O**

**Chapitre III : Le vieillissement des composites à matrice organique**

**Chapitre IV : Etude expérimentale du vieillissement en milieu contrôlé des composites à matrice organique**

Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques de la résine vinylester.....64  
 Tableau 4.2 : Propriétés mécaniques de la résine époxy.....64  
 Tableau 4.3 : Masse des creusets à vide.....69  
 Tableau 4.4 : Masse après introduction des échantillons.....69  
 Tableau 4.5 : Masse après calcination.....70  
 Tableau 4.6 : Résultats de la diffusion moléculaire.....83  
 Tableau 4.7 : Coefficients de diffusion des matériaux étudiés en séchage en étuve à 40°C....86  
 Tableau 4.8 : Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Verre/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>].....90  
 Tableau 4.9 : Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Verre/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....91  
 Tableau 4.10 : Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....92  
 Tableau 4.11 : Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....93  
 Tableau 4.12 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....95  
 Tableau 4.13 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....95  
 Tableau 4.14 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....96

Tableau 4.15 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....97

Tableau 4.16 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....97

Tableau 4.17 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....98

Tableau 4. 18 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone /Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....99

Tableau 4.19 : Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone /Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] .....103

**Chapitre V : Application de la théorie des stratifiés**

Tableau 5.2 : Effet du vieillissement à 40 °C, sur le matériau Verre E/Vinylester.....142

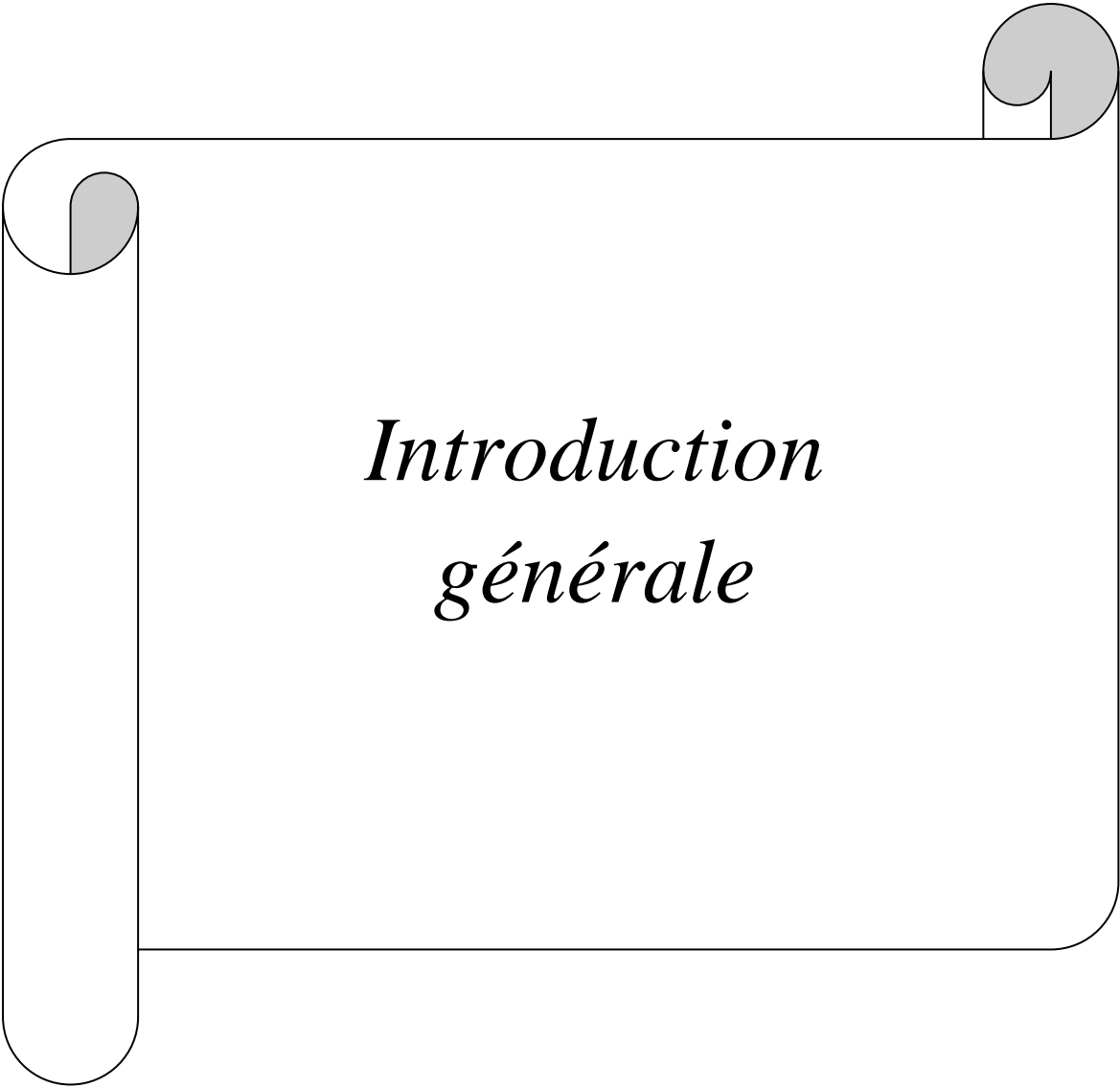
Tableau 5.1 : Effet du vieillissement à 40 °C, sur le matériau Carbone/Epoxy.....142

<b>Symbole :</b>	<b>Signification :</b>	<b>Unité</b>
$T_f$ :	Température de fusion	°C
$\rho$ :	Masse volumique	$g/m^3$
$\sigma_t^R$ :	Contrainte à la rupture en traction	MPa
$\sigma_c^R$ :	Contrainte à la rupture en compression	MPa
$E$ :	Module d'YOUNG	GPa
$E_f$ :	Module d'YOUNG de la fibre	GPa
$\sigma_{fu}$ :	Contrainte à la rupture de la fibre	MPa
$\varepsilon_{fu}$ :	Allongement à la rupture de la fibre	%
$\nu_f$ :	Coefficient de poisson de la fibre	/
$\vec{\varphi}$ :	Le flux	/
$D$ :	Coefficient de diffusion	$mm^2/s$
$C$ :	Concentration du solvant dans le milieu	/
$M_t$ :	Masse totale de l'eau dans le matériau à l'instant 't'	%
$M_s$ :	Masse totale de l'eau dans le matériau lors de la saturation	%
$h$ :	Epaisseur de la plaque	mm
HR% :	Humidité relative du milieu	%
$E_a$ :	Energie d'activation de la diffusion	$KJ/Kg^\circ K$
$D_o$ :	Constante (indice de perméabilité)	/
$T$ :	Température d'essai	°C
$R$ :	Constante des gaz	/
$T_g$ :	Température de transition vitreuse	°C
$P_f$ :	Fraction massique du renfort	%
$m_f$ :	Masse des fibres (ayant subsisté après calcination)	g
$m_c$ :	Masse du composite (échantillon soumis a la calcination)	g
$W$ :	Prise de masse (%)	%

$M_t$ :	Masse de l'échantillon a l'instant (t) de la pesée	g
$M_0$ :	Masse initiale de l'échantillon	g
$\sigma_f$ :	Contrainte normale en flexion	MPa
$\tau_{13}$ :	Contrainte de cisaillement interlaminaire maximale	MPa
$E_f$ :	Le module de flexion	GPa
$\varepsilon$ :	Déformation en surface	%
$F$ :	Charge	N
$L$ :	Distance entre appuis	mm
$b$ :	Largeur	mm
$w$ :	Flèche de l'axe neutre	mm
$V_f$ :	La fraction volumique de fibres	%
$V_m$ :	La fraction volumique de la matrice	%
$v_f$ :	Volume de la fibre	/
$v_m$ :	Volume de la matrice	/
$P_f$ :	Fraction massique de la fibre	%
$P_m$ :	Fraction massique de la matrice	%
$\varepsilon_1$ :	Déformation longitudinale imposée à la cellule	%
$\varepsilon_f$ :	Déformation de la fibre	%
$\varepsilon_m$ :	Déformation de la matrice	%
$\sigma_m$ :	Contrainte au niveau de la matrice	MPa
$E_m$ :	Module d'YOUNG de la matrice	GPa
$F_1$ :	Charge totale appliquée	N
$S_f$ :	Aire de la section droite de la fibre	mm <sup>2</sup>
$S_m$ :	Aire de la section droite de la matrice	mm <sup>2</sup>
$\sigma_1$ :	Contrainte moyenne	MPa
$E_L$ :	Module d'YOUNG longitudinal	GPa

$E_T$ :	Module d'YOUNG transversal	GPa
$\nu_{LT}$ :	Coefficient de poisson longitudinal	/
$\Delta l_t$ :	Allongement transverse de la cellule élémentaire	/
$\varepsilon_2$ :	Déformation transverse	%
$\gamma_f$ :	Cisaillement dans la fibre	/
$\gamma_m$ :	Cisaillement dans la matrice	/
$\delta_f$ :	Déformations induites dans la fibre	/
$\delta_m$ :	Déformations induites dans la matrice	/
$\delta$ :	Déformation totale de la cellule	/
$G_{LT}$ :	Module de cisaillement longitudinal	GPa
$G_f$ :	Module de cisaillement de la fibre	GPa
$G_m$ :	Module de cisaillement de la matrice	GPa
$\sigma(M)$ :	Etat de contraintes dans un point (M)	MPa
$\varepsilon(M)$ :	Tenseur des déformations dans un point (M)	%
$\varepsilon_m(M)$ :	Déformations en membrane	%
$\varepsilon_f(M)$ :	Déformations en flexion et en torsion	%
$\sigma_k(M)$ :	Matrice des contraintes dans la couche k	MPa
$N(x, y)$ :	Résultantes en membrane	/
$A = [A_{ij}]$ :	Matrice de rigidité en membrane	N.mm <sup>2</sup>
$B = [B_{ij}]$ :	Matrice de couplage membrane-flexion-torsion	N
$D = [D_{ij}]$ :	Matrice de rigidité en flexion	N.mm
$E_x$ :	Le module de flexion de la poutre	GPa
$I$ :	Le moment quadratique de la section droite de la poutre par rapport au plan (x, y)	mm <sup>4</sup>

$\omega_c$  : La flèche au centre de la poutre mm



*Introduction  
générale*

## **Nécessité de l'étude**

Les matériaux composites sont grandement améliorés depuis les années 1970, leurs excellentes propriétés spécifiques les ont positionnés comme des candidats évidents pour le remplacement des matériaux traditionnels dans des domaines aussi divers et exigeants que les transports, l'énergie, le nucléaire et le génie civil. Ils allient de bonnes propriétés mécaniques et une faible densité et peuvent permettre d'améliorer les performances et d'accroître la longévité des structures. La transition a été faite dans beaucoup de secteurs. Elle est à l'ordre du jour pour des applications de plus en plus exigeantes sur le plan de la fiabilité, mais elle ne pourra s'opérer que si la durabilité des matériaux composites est mieux connue. Cette méconnaissance est liée en grande partie à la complexité des mécanismes de vieillissement. Ces derniers sont multiples et varient en fonction du polymère, des conditions de vieillissement mais aussi des conditions de mise en œuvre, de l'état de référence (cycle de cuisson, vitesse de refroidissement, contraintes internes), de la structure des matériaux (géométrie). Ces matériaux sont très sensibles aux contraintes environnementales (humidité, température) et mécaniques qui peuvent créer des dégradations irréversibles et ainsi engendrer l'incapacité à répondre aux besoins pour lesquels ils ont été initialement conçus. Au sein du matériau composite, selon sa composition, l'eau peut diffuser à travers la matrice thermosable et l'interface fibre/matrice, l'eau va ainsi jouer le rôle de plastifiant et porter préjudice aux propriétés du matériau. Or, les composites doivent continuer à satisfaire au cahier des charges et remplir les critères de durabilité imposés par la durée d'exploitation de la structure. C'est pour cela qu'il est impératif de connaître l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des C.M.O et leur évolution au cours du temps, afin de prévoir la durée de vie ou l'état de résistance au bout d'un temps donné. La durée de vie d'un matériau est définie par le temps pendant lequel ce matériau, ou plus précisément une de ses propriétés, va conserver sa fonctionnalité dans des conditions bien définies, sans nécessiter de réparations importantes des dommages. La fin de vie est conditionnée par l'atteinte d'une limite inférieure de tenue à une contrainte appliquée.

## **Position du problème**

Les composites constitués de longues fibres de verre E ou carbone et de résine thermosable de type époxy ou polyester sont les plus fréquemment utilisés. Néanmoins, les structures faites avec ces types de matériaux doivent, en général, travailler dans des environnements plus ou moins agressifs, c'est à dire, la température, l'humidité, les environnements corrosifs, expositions chimiques, ...etc. Leur sensibilité aux différents paramètres environnementaux doit être prise en compte avant leur mise en service. En particulier, lorsque le couplage humidité/température est présent, il représente un danger pour la stabilité à long terme de ces structures. Ce phénomène provoque une détérioration irréversible du matériau.

C'est pour cela que nous avons choisis d'étudier deux matériaux composites à savoir Carbone/Epoxy et Verre E/Vinylester avec deux stratifications chacun (0/90) et (0/45), ce qui nous fait pas moins de quatre configurations, leur comportement en vieillissement hygrothermique et l'effet de ce dernier sur les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Le but de ce travail sera de quantifier la dégradation que subissent les matériaux de l'étude sous vieillissement hygrothermique. Nous étudierons l'influence de la température sur le phénomène étant donné les différents milieux considérés, mais aussi la séparation des dommages réversibles et irréversibles provoqués par le vieillissement, par le biais du séchage isotherme. Nous examinerons les dégradations au niveau des couches stratifiées pour éventuellement voir à quel niveau, les matériaux sont plus susceptibles d'être atteints par le vieillissement hygrothermique.

Plusieurs étapes sont nécessaires pour parvenir aux objectifs fixés, elles sont présentées successivement dans ce manuscrit comme suit :

La première partie consiste en une étude bibliographique composée de trois chapitres, le (chapitre I) est une introduction aux matériaux composites, on y trouve leur présentation, classification, composition, ...etc. Pour ce qui est du deuxième (Chapitre II), on y a présenté brièvement les différents procédés de mise en forme des matériaux composites, qui est une chose importante quand on sait que l'influence de la fabrication sur les différentes propriétés de ces matériaux est importante. Avec le (chapitre III), nous entrons dans le vif du sujet en présentant le vieillissement des C.M.O en général, on y trouve notamment les différents mécanismes de vieillissement, les modèles qui décrivent le processus, la procédure adéquate pour mener une étude suivant cet axe là, mais aussi une synthèse de travaux qui illustre la cinétique d'absorption de ces matériaux en milieu humide et l'effet néfaste que cela engendre sur leurs propriétés mécaniques.

Dans la deuxième partie, nous présentons le détail de notre travail, cette partie est constituée de deux chapitres, le (Chapitre IV) qui consiste en l'étude expérimentale du vieillissement des matériaux qui font l'objet de l'étude dans deux milieux et à deux températures différentes. Nous avons présenté les matériaux utilisés, le détail des conditions dans lesquelles le travail s'est déroulé ainsi que la justification des choix qui ont été faits, la cinétique d'absorption des matériaux en immersion, l'effet de cette immersion sur les propriétés mécaniques en effectuant la caractérisation des matériaux à l'état vierge et à l'état vieilli, ensuite vérifier l'éventuelle réversibilité du phénomène via les essais de séchage. Enfin, le (Chapitre V) qui s'intitule : 'Application de la théorie des stratifiés' dans lequel on retrouve le détail de la théorie classique des stratifiés et son application aux matériaux qui ont fait l'objet de l'étude (vierges, vieillis) afin de déterminer l'effet du vieillissement sur les couches constituantes des stratifiées.



# Chapitre I

*Les matériaux composites*  
*à matrice organique*

## I.1 Introduction

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux constituants non miscibles, mais ayant une forte capacité d'adaptation. Les qualités respectives des constituants associés se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques, électriques et/ou physico-chimiques améliorées. Le développement des matériaux composites ayant une ou plusieurs de ces propriétés particulières répond généralement à un besoin spécifique. Il est ainsi possible de créer des matériaux hétérogènes permettant par exemple, de réduire la masse d'une pièce, tout en améliorant ses propriétés mécaniques, grâce à l'association d'un renfort fibreux et d'une résine organique. L'adaptabilité de ce matériau en fait un atout incontestable qui explique son utilisation de plus en plus répandue, notamment dans l'industrie du transport (aérien, maritime, terrestre et ferroviaire), des sports et loisirs, et depuis peu dans l'industrie du bâtiment [1].

## I.2 Classification d'un composite

Le matériau composite est constitué d'un renfort, qui contribue aux propriétés mécaniques de la pièce, et d'un liant, appelé matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer la cohésion entre les éléments du renfort, mais aussi de transférer les flux d'efforts entre les plis, de garantir la tenue à l'environnement (corrosion, vieillissement humide) et la tenue en température. Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qui peuvent être classés suivant différents critères. La nature de la matrice est un de ces critères qui permet de répartir les composites en trois grandes familles :

- les Composites à Matrices Organiques (CMO), tels que les polymères organiques (résine thermodurcissable ou thermoplastique) ;
- les Composites à Matrices Céramiques (CMC) réservés aux applications à haute température ;
- les Composites à Matrice Métallique (CMM).

Ces matériaux peuvent aussi être classés selon la nature du renfort, détaillée dans le paragraphe (I.5.3) ou selon l'objectif recherché via leurs utilisations. Si l'optimisation des coûts est le principal objectif, on parlera de composites 'grande diffusion'. En revanche, pour

une utilisation dans le but d'optimiser les performances mécaniques ou thermiques, liées à une réduction de poids, on parlera de composites 'hautes performances' [1].

### I.3 Importance économique des C.M.O

Selon le groupe JEC (la plus grande organisation de l'industrie des composites en Europe et dans le monde), qui a publié l'étude " *The worldwide composites industry : Structure, Trends and Innovation* " qui veut dire : '*l'industrie mondiale des composites: la structure, les tendances et les innovations*', la croissance des volumes de l'industrie des composites est directement liée à l'augmentation du PNB des différents pays. Ces 50 dernières années, l'industrie mondiale des composites a enregistré un taux de croissance annuel moyen d'environ 8 % en volume. Cette rapide progression repose principalement sur la force d'innovation du secteur. Des innovations toujours plus nombreuses qui ont permis à l'industrie des composites de s'imposer sur de nouveaux marchés et de s'y développer plus rapidement que les applications industrielles classiques. Parallèlement, les composites prennent le pas sur un nombre croissant de matériaux en raison de leurs propriétés spécifiques (propriétés mécaniques ramenées à la masse volumique ou à la densité) et des autres avantages qui font leur compétitivité.

Au delà, l'étude du groupe JEC fait ressortir que les matériaux composites s'ouvrent à de nouveaux challenges. Notamment en termes de suivi et d'évolution des matériaux. La création de matériaux intelligents capables de générer une évaluation de leur état et d'auto-réparer les éventuels dommages subis serait une étape majeure dans le développement des marchés composites. La Nasa a, par exemple, développé des prototypes de matériaux composites capables de résoudre eux-mêmes des problèmes de déformation, de fissures ou encore de délaminage. Une fois activée par la chaleur, l'effet mémoire de la structure du polymère entre en action et lui permet de retrouver sa forme initiale et de combler lui-même ses brèches. La question du recyclage de ces matériaux ouvre aussi une nouvelle voie de recherche et d'innovation.

➤ Innovation et réglementation tirent le marché

L'industrie des composites a commencé à se développer à la fin des années 30, sous l'impulsion d'innovations marquantes telles que les premières fibres de verre, puis dans les

années 50, avec les premières fibres de carbone. De nouvelles innovations majeures tirent aujourd'hui la croissance du marché, apportant des améliorations techniques, économiques et qualitatives tout au long de la chaîne de valeur. L'économie mondiale traverse actuellement une grave crise dans toutes les régions du globe. Cependant, malgré un contexte économique peu favorable à la croissance, le marché des composites reste un marché en pleine expansion, notamment du fait de nouvelles régulations vertes, et surtout, grâce à sa capacité à innover pour répondre aux besoins d'un marché toujours plus exigeant en termes de ratio coûts/qualité/durabilité. L'industrie des composites poursuivra sa croissance à un rythme soutenu sur le long terme.

Pour la période 2009 – 2014, le groupe JEC prévoit :

- ⇒ L'expansion du marché asiatique : les marchés composites indiens et chinois voient leurs industries en forte progression à travers le développement d'industries locales et le soutien de firmes internationales. Ils investissent donc dans des centres de recherche et de développement des matières composites ;
- ⇒ La croissance mondiale du marché éolien : il représente à lui seul 5 % du marché des composites et est apparu comme l'un des marchés les plus positifs en terme de croissance durant la dernière décennie avec une croissance en volume d'en moyenne 10 % par an. Cette progression est due notamment au développement de nouvelles réglementations vertes ;
- ⇒ La poursuite de la pénétration des matériaux composites dans le secteur aéronautique : le souci d'allègement favorisera le développement de nouveaux appareils commerciaux contenant une plus forte proportion de composites (l'industrie aérospatiale devrait ainsi connaître une croissance de 11 % par an en volume entre 2009 et 2014) [2].

➤ Aspects économiques

Les composites de synthèse ne représentent, en masse, que 5 % des plastiques mais de l'ordre de 10 % de ceux-ci en coût (forte valeur ajoutée).

On distingue deux types de composites qui s'adressent à des marchés différents : grande diffusion (GD), de coûts modérés, et hautes performances (HP), assez onéreux [3].

⇒ Producteurs de renforts

Ils réalisent les fibres et leurs dérivés directs : fibres coupées ou collées (mats), fils pour tissage (retordus).

On rencontre essentiellement sur le marché des groupes qui disposent d'un rayonnement mondial [3].

⇒ Producteurs de polymères ou résines vierges

Ce sont les mêmes firmes que celles réalisant les plastiques classiques, mais avec une prédominance pour les thermoplastiques (TP) techniques (ou technoplastiques) et les deux résines thermodurcissables : polyester et époxy. Il faut aussi inclure dans cette activité les fabricants d'adhésifs structuraux.

⇒ Fabricants de produits intermédiaires

Ils regroupent 3 métiers différents. Les tisseurs réalisent les armures (tissus, nappes et tresses). Les formulateurs (dits compoundeurs) préparent les formules adaptées par mélanges de charges et autres additifs aux résines de base.

Les fabricants de semi-produits spécifiques préparent les préimprégnés (renforts adaptés + résines formulées), dite « méthode sèche ». À savoir :

- thermoplastiques : granulés renforcés par fibres courtes (quelque 1/10 mm) ou longues (« 1 cm) et plaques renforcées par des mats (TRE : thermoplastique renforcé estampable), voir par des tissus déformables ;
- thermodurcissables : formulations à base de résines, d'additifs (charges calcaire) et de renforts (fibres ou mats), en mélange brut (BMC : bulk molding compound) ou en bobine (SMC : sheet molding compound).

⇒ Marchés

- Ensemble des composites grande diffusion et haute performance avec un taux de croissance estimé de 5 à 6 % pour les 5 prochaines années, ils représentent actuellement :
- Monde » 4 000 000 t ;

- Europe » 1 400 000 t ;
- France » 220 000 t.

⇒ Matières de base

- Renfort : dominante fibre de verre > 98 % ;
- Matrice :  
TD » 75 %, prédominance polyester (2/3 des résines),  
TP » 25 %, technoplastiques et PP. [3]

#### **I.4 Avantages et inconvénients composites/ matériaux métalliques**

Il est communément reconnu que les matériaux composites présentent des handicaps par rapport aux matériaux métalliques bien connus dans l'industrie : coût au kilogramme, cadences de fabrication des pièces, recyclabilité.... Cependant, leur utilisation, non calquée sur celle des métaux, présente de nombreux avantages qui permettent d'apporter des réponses favorables aux évolutions du produit et aux attentes des utilisateurs. Ces avantages sont liés à leurs caractéristiques intrinsèques et aux procédés de mise en œuvre pour réaliser les pièces [4].

➤ **Avantage des matériaux composites**

- Gain de masse
- Mise en forme de pièces complexes (principe du moulage) et réduction du nombre d'interfaces (boulonnage, rivetage et soudure sur structures métalliques)
- Grande résistance à la fatigue
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf en cas de contact entre de l'aluminium et des fibres de carbone)
- Insensibles aux produits chimiques "mécaniques " comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole [5].

- Inconvénients des matériaux composites
  - Vieillessement sous l'action de l'eau et de la température
  - Sensibilité aux décapants de peinture qui attaquent les résines époxydes
  - Tenue à l'impact moyenne par rapport aux métalliques
  - Meilleure tenue au feu que les alliages légers mais émission de fumées parfois toxiques pour certaines matrices.
  - Coût parfois prohibitifs (temps et coût études et mise en œuvre), le gain en coût est surtout valable pour des grandes séries [5].

## I.5 Constitution et rôle de chaque constituant

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues, leur orientation permet de renforcer les propriétés mécaniques de la structure. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir. La nature de la résine ou du renfort est choisie en fonction de l'application finale visée [6].

### I.5.1 Matrices

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés [6].

#### I.5.1.1 Résines thermodurcissables

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

condensation (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables.

Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible. Ces caractéristiques sont présentées dans le tableau (1.1) [6].

résines	T <sub>f</sub> (°C)	ρ (Kg/m <sup>3</sup> )	Σε <sub>t</sub> <sup>R</sup> (%)	σ <sub>t</sub> <sup>R</sup> (MPa)	σ <sub>c</sub> <sup>R</sup> (MPa)	E (GPa)
polyesters	60 à 100	1140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2.8 à 3.6
phénoliques	120	1200	2.5	40	250	3 à 5
époxydes	290	1100 à 1500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

**Tableau 1.1 :** Caractéristiques des résines thermodurcissables

### I.5.1.2 Résines thermoplastiques

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques [7].

De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible, ces dernières sont présentées dans le tableau (1.2) [6].

résines	T <sub>f</sub> (°C)	ρ (kg/m <sup>3</sup> )	σ <sub>t</sub> <sup>R</sup> (MPa)	E (GPa)
polyamide	65 à 100	1140	60 à 85	1.2 à 2.5
polypropylène	145 à 175	1200	20 à 35	1.1 à 1.4

**Tableau 1.2 :** Caractéristiques des résines thermoplastiques

### I.5.1.3 Les résines thermostables

Les résines thermostables se distinguent des autres résines, précédemment considérées, essentiellement par leurs performances thermiques qui conservent leurs propriétés mécaniques pour des températures plus élevées que 200°C. Dans la pratique nous retrouvons pour ces résines les deux grandes familles des résines thermoplastiques et thermodurcissables.

Les résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace, où les laboratoires cherchent à mettre au point de nouvelles résines. Parmi les résines thermostables, les résines bismaléimides et polyimides sont les plus utilisées.

Les résines bismaléimides sont des résines dont le réseau est élaboré à des températures de 180 à 200°C. Les procédés de moulage sont identiques à ceux des composites à matrice thermodurcissable de type polyester ou époxyde.

Les résines polyimides sont apparues sur le marché vers 1970. Ce sont des résines à haute résistance thermique, mais de prix très élevé. Ces résines permettent d'obtenir des composites de résistance supérieure, à 250 °C, à la résistance de l'aluminium [7].

## **I.5.2 Charges et Additifs**

Des produits peuvent être incorporés à la résine pour renforcer les propriétés mécaniques (Charges renforçantes, ex : charges sphériques creuses 5 à 150 µm). Des charges non renforçantes peuvent être également utilisées pour diminuer le coût des matrices en résine. Des additifs, de type colorant ou agent de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [6].

### **I.5.2.1 Les charges**

#### **I.5.2.1.1 Charges renforçantes**

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

- charges sphériques
- charges non sphériques [7].

#### ➤ Charges sphériques

L'intérêt essentiel de ces charges réside dans leur forme sphérique qui évite les concentrations de contraintes et, par conséquent, diminue la susceptibilité à la fissuration de la matrice par rapport à des charges non sphériques. Les charges sphériques se présentent sous forme de sphères, appelées généralement microbilles ou microsphères. Ces sphères pleines ou creuses ont un diamètre généralement compris entre 10 et 150 µm. Elles peuvent être en verre,

en carbone ou en matière organique (époxyde, phénolique, polystyrène, ...etc.). Les microbilles de verre creuses représentent plus de 99 % des charges sphériques utilisées [7].

✓ Les microbilles de verre creuses

Le principal avantage des microbilles de verre creuses réside dans une masse volumique faible (100 à 400 kg/m<sup>3</sup>), apportant une augmentation du module spécifique de la résine chargée et de sa tenue en compression.

La fabrication des microbilles de verre creuses se fait par passage dans une zone à haute température, de fines particules de verre contenant un gaz d'expansion (généralement un mélange d'azote et de gaz carbonique). Lors de l'élévation de température des particules, le gaz est expansé dans la particule de verre en fusion. Les particules sont ensuite refroidies rapidement, provoquant une solidification de la paroi des microbilles avant que la pression du gaz ne diminue.

Les microbilles ainsi obtenues ont un diamètre de l'ordre de 20 à 130 µm, avec une épaisseur de paroi de 0,5 à 2 µm. Les microbilles peuvent être ensuite sélectionnées en fonction de leurs dimensions. Les microbilles sont enfin soumises à des traitements de surface permettant d'améliorer la liaison des microbilles avec la résine.

Les microbilles de verre creuses sont le plus souvent incorporées à des résines époxydes ou polyesters. Leur usage est limité à des mises en œuvre à basse pression du fait de la faible résistance à l'écrasement des sphères creuses.

Les avantages essentiels de leur incorporation dans une résine sont :

- la diminution de la masse volumique,
- l'augmentation du module de la résine,
- l'amélioration de la tenue en compression [7].

✓ Autres microbilles

Il existe d'autres microbilles creuses :

- Microbilles de carbone : Masse volumique 120 kg/m<sup>3</sup> Diamètre 5 à 150 µm
- Microbilles organiques (époxyde, phénolique, etc.) : Masse volumique 100 à 500 kg/m<sup>3</sup> Diamètre 10 à 800 µm. Ces microbilles sont généralement plus chères (jusqu'à 5 fois pour les microbilles de carbone) que les microbilles de verre.

Parmi les autres microbilles utilisées figurent les microbilles de verre pleines. Par rapport aux microbilles de verre creuses, les caractéristiques des microbilles pleines sont :

- Masse volumique élevée :  $2\,500\text{ kg/m}^3$ ,
- Prix plus faible,
- Possibilité de mise en œuvre avec les résines à des pressions élevées [7].

➤ Les charges non sphériques

Parmi les charges renforçantes non sphériques, le mica est le matériau le plus utilisé. Il est alors incorporé sous forme d'écailles de dimensions de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , et d'épaisseur de 1 à 20  $\mu\text{m}$ . Le mica est ajouté à des résines thermoplastiques ou thermodurcissables, pour des applications électriques ou électroniques.

### **I.5.2.1.2 Les charges non renforçantes**

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines.

➤ Charges de faible coût

Ces charges sont extraites de roches ou de minerais, d'où leur faible coût.

Généralement, l'incorporation de ces charges conduit à :

- une augmentation :
  - de la masse volumique de la matrice,
  - du module d'élasticité,
  - de la dureté,
  - de la viscosité,
  - de la stabilité dimensionnelle.
- une diminution :
  - du prix,
  - de la résistance à la traction et à la flexion.

Les principales charges sont :

- les carbonates : craies ou calcites ( $\text{CaCO}_3$ ). Ce sont les charges les plus utilisées,

- les silicates : talc, kaolin, feldspath, wollastonite,
- les silices : obtenues par broyage et tamisage de sable de quartz [7].

➤ Charges ignifugeantes

Ces charges ajoutées aux résines ont pour rôle de réduire ou d'empêcher les phénomènes de combustion. Parmi les charges solides utilisées dans les résines thermodurcissables, nous citons :

- l'hydrate d'alumine, produit le plus utilisé dans les résines thermodurcissables,
- l'oxyde d'antimoine [7].

➤ Charges conductrices et antistatiques

Les résines organiques sont des isolants thermiques et électriques. Pour certaines applications, il est donc nécessaire d'ajouter un élément conducteur. Les principales charges utilisées sont :

- des poudres ou paillettes métalliques : cuivre, fer, aluminium, etc.,
- des microbilles de verre métallisées (cuivre, argent),
- des particules de carbone (noir de carbone),
- des filaments métalliques [7].

### **I.5.2.2 Additifs**

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

#### **I.5.2.2.1 Lubrifiants et agents de démoulage**

Ces additifs ont pour objet de faciliter le façonnage de la résine et de réduire la tendance de la résine à adhérer aux moules, aux mandrins, etc. [7].

#### **I.5.2.2.2 Pigments et colorants**

Les pigments sont des produits insolubles se présentant sous forme de poudres ou de paillettes. Ils sont obtenus à partir d'oxydes ou de sels métalliques. À partir de ces pigments, il

est possible d'obtenir des pâtes colorantes constituées de dispersions de pigments dans une pâte (résine, plastifiant), pour une utilisation aisée.

Les colorants sont des composés organiques solubles dans un solvant adapté.

Leur emploi est limité, du fait d'une mauvaise tenue chimique et thermique [7].

### **I.5.2.2.3 Agent d'anti-retrait et agents de fluage**

La polymérisation des résines conduit à une diminution des distances interatomiques du monomère initial. Il s'ensuit un retrait de la résine polymérisée, qui peut aboutir à un mauvais état de surface, à un gauchissement ou à des microfissurations des pièces moulées. Bien que l'incorporation des charges à la résine en limite le retrait, il est souvent nécessaire d'ajouter des produits spécifiques anti retrait (additifs dits "low profile" et "low shrink"), qui diminuent ou annulent le phénomène de retrait. Ces produits améliorent également l'écoulement de la matière dans certaines techniques de moulage. Ces agents anti-retrait sont généralement des produits à base de thermoplastiques ou d'élastomères, se présentant sous forme de poudre ou en solution dans du styrène [7].

### **I.5.2.2.4 Agents anti ultra-violet**

Les agents anti-ultraviolets ont pour fonction de protéger les résines de l'action des rayons ultraviolets contenus dans le rayonnement solaire. Le principe de ces agents est d'absorber le rayonnement ultraviolet et d'éviter ainsi une détérioration prématurée de la résine par rupture de liaisons atomiques ou par passage à un état excité qui favorise l'oxydation (phénomène de photo-oxydation) [7].

## **I.5.3 Renforts**

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tridirectionnel ou plus) [6].

### **I.5.3.1 Principales fibres**

#### **I.5.3.1.1 Fibres de verre**

Les fibres de verre ont un excellent rapport performance-prix qui les placent de loin au premier rang des renforts utilisés actuellement dans la construction de structures composites [6].

#### **I.5.3.1.2 Fibres de carbone**

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

Le principe d'élaboration est de faire subir aux fibres acryliques une décomposition thermique sans fusion des fibres aboutissant à une graphitisation. Le brai qui est un résidu de raffinerie issu du pétrole ou de la houille est également utilisé pour produire des fibres de carbone [6].

#### **I.5.3.1.3 Fibres aramides**

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. Pour y remédier, des enzymages des fibres peuvent être utilisés. L'utilisation de composites à fibres hybrides permet également de remédier aux faiblesses des composites à fibres aramides. Des renforts hybrides de type verre-kevlar ou carbone-kevlar sont largement utilisés dans le domaine des loisirs (ski, raquette de tennis) [6].

#### **I.5.3.1.3 Fibres céramiques**

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Quelques exemples de fibres céramiques :

- fibres de Carbure de Silicium
- fibres de Bore
- fibres de Bore carbure de silicium [6].

### I.5.4 Caractéristiques mécaniques des fibres

Il existe différents types de fibres. Elles peuvent être scindées en deux groupes, les fibres à haut module et les fibres à haute résistance. Les fibres à haut module ont une résistance faible et celles à forte résistance ont un module faible [6].

Fibres	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'Young $E_f$ (GPa)	Contrainte à la rupture $\sigma_{fu}$ (MPa)	Allongement à la rupture $\epsilon_{fu}$ (%)	Coefficient de Poisson $\nu_f$
Verre E	2600	73	3400	4.4	0.22
Verre R	2550	86	4400	5.2	/
Carbone HR	1750	230	3000 à 4000	/	/
Carbone HM	1810	400	2800	/	/
Carbone THM	1950	600	2000	/	/
Carbone HM (brai)	2000	280	2000 à 2400	/	/
Kevlar 29	1440	60	3000	3.6	/
Kevlar 49	1450	120	3000	1.9	/
Kevlar 149	1470	160	2400	1.5	/
Twaron	1440	60	2600	3	/
Technora	1390	90	2800	4	/
Bore	2600	430	3800	/	/
Bore + B <sub>4</sub> C	2600	430	4000	/	/
SiC	3000	410	3900	/	/

**Tableau 1.3 :** Caractéristiques mécaniques des fibres [7].

### I.5.5 Forme de renfort

Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont : des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une bonne facilité de mise en œuvre, un faible coût, etc. En fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origines diverses : végétale, minérale, artificielle, synthétique, etc. Toutefois, les renforts les plus utilisés se présentent sous forme

de fibres ou formes dérivées, et constituent une fraction volumique du matériau composite généralement comprise entre 0,3 et 0,7. Les renforts fibres se présentent sous diverses formes commerciales :

- sous forme linéique (fils, mèches, etc.),
- sous forme de tissus surfaciques (tissus simples, mats, etc.),
- sous forme multidirectionnelle (tresses, tissus complexes, etc.) [7].

### I.5.5.1 Formes linéiques

Les fibres sont élaborées suivant un diamètre de quelques micromètres (une dizaine), et ne peuvent par conséquent pas être utilisées sous forme unitaire. Pour leur utilisation pratique, ces fibres sont réunies en fils ou en mèches de différentes formes. La nomenclature générale des diverses formes linéiques est encore mal déterminée, et généralement dérivée de celle utilisée pour les fibres de verre. La fibre unitaire est généralement appelée filament élémentaire ou *monofilament*.

Les monofilaments sont ensuite réunis en *fils* ou *mèches*. Les fils continus ou discontinus sont caractérisés par leur masse linéique ou titre. Cette masse linéique est une mesure de la finesse des fils, et elle dépend du diamètre et du nombre de monofilaments. L'unité de masse linéique est le *tex*, masse d'un fil de longueur égale à 1 000 m. Soit : 1 tex = 1 g/km.

En fait, on devrait plutôt écrire :  $1 \text{ tex} = 10^{-6} \text{ kg/m}$ . conformément au système S.I. d'unités. La première définition est toutefois mieux adaptée à l'usage pratique [7].

### I.5.5.2 Formes surfaciques

Les fils peuvent être utilisés pour réaliser des formes surfaciques de divers types : mats, tissus ou rubans, essentiellement développés dans le cas de fibres de verre [7].

#### I.5.5.2.1 Les mats

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

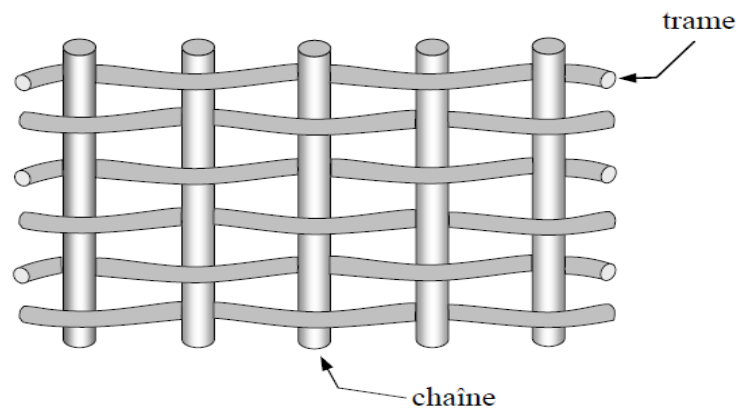
La différence entre les mats à fils coupés et les mats à fils continus se situe essentiellement au niveau de leur propriété de déformabilité. Les premiers sont peu

déformables alors que les seconds permettent d'obtenir des “emboutis” profonds par un allongement régulier du mat dans toutes les directions. Une des principales applications des mats à fils continus est le moulage entre moule et contre-moule, de pièces pouvant avoir des formes complexes, par compression, injection ou moulage sous vide [7].

### I.5.5.2 Les tissus et rubans

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

- d'une chaîne, ensemble de fils parallèles répartis dans un plan suivant la longueur du tissu,
- d'une trame, ensemble de fils s'entrecroisant avec les fils de chaîne [7].



**Figure 1.1 :** Chaîne et trame d'un tissu

Les tissus diffèrent par le type de fils utilisés (fils simples, mèches, etc.), donc par la masse linéique des fils, et par le mode d'entrecroisement (ou armure) des fils de chaîne et des fils de trame. La figure (1.2) illustre les armures classiques utilisées : toile ou taffetas, sergé, satin, armure croisée, armure unidirectionnelle [7].

#### ➤ Taffetas

Dans l'armure taffetas (figure 1.2), les fils de chaîne et de trame s'entrecroisent alternativement, conduisant à un tissu très plat, stable, mais peu déformable. Cette armure confère au tissu des propriétés mécaniques sensiblement identiques dans les deux directions chaîne et trame (pour des fils de tissage identiques). Toutefois, l'armure taffetas conduit à un

haut degré de courbure des fibres qui induit une diminution des performances mécaniques des composites [7].

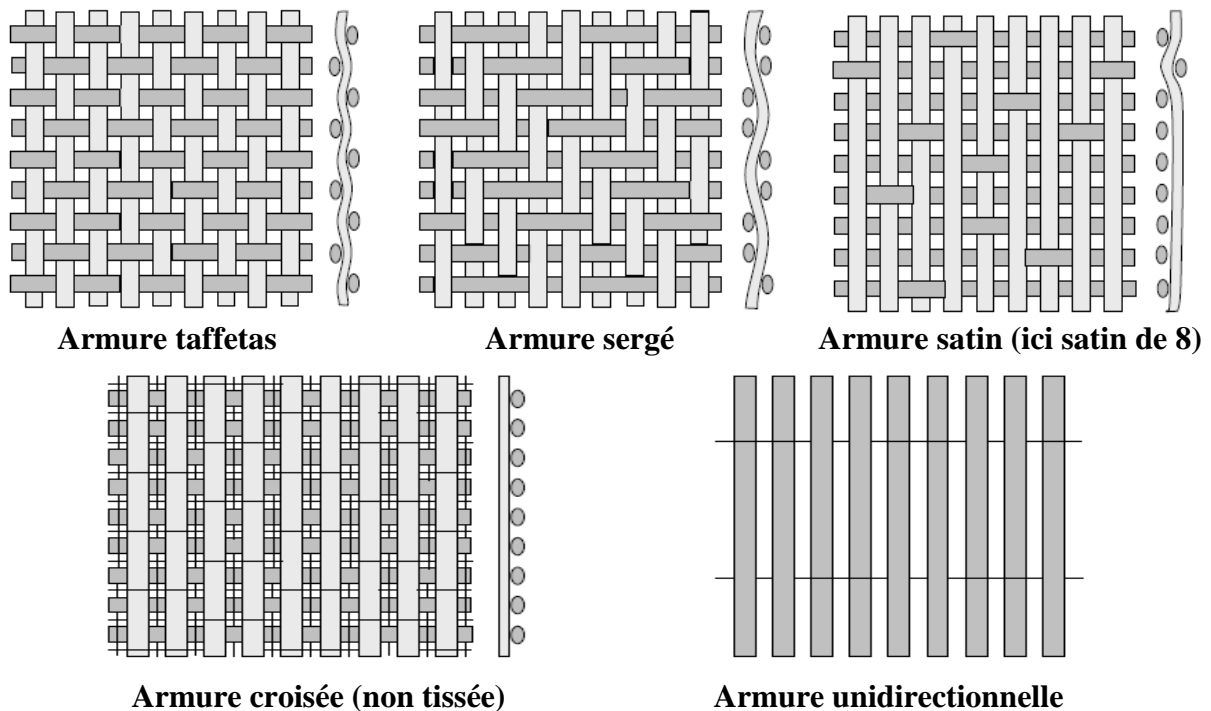
➤ **Sergé**

Pour l'armure sergé, le nombre de fils chaîne et de fils trame qui s'entrecroisent peut varier. Dans un sergé  $2 \times 1$ , les fils trame passent sur un fil chaîne et sous deux fils chaînes, et dans un sergé  $2 \times 2$ , les fils trame passent sur deux fils chaîne et sous deux fils chaîne. Ce type d'entrecroisement conduit à un motif répétitif du tissu (Figure 1.2) sous forme de nervures diagonales. L'armure sergée offre l'avantage d'être à la fois souple et dense. Le tissu sergé permet ainsi un glissement entre les fils chaîne et trame et s'adapte bien à des moulages de formes complexes [7].

➤ **Satin**

L'armure satin est assez semblable à celle du sergé, mais le nombre de fils chaîne et de fils trame qui passent les uns sur les autres avant de s'entrecroiser est plus élevé. Chaque tissu satin est caractérisé par un nombre, usuellement 4 ou 8, indiquant que les fils chaîne passent sur 4 ou 8 fils trame. Il en résulte un tissu avec une face qui contient plus de fils chaîne et une autre face plus de fils trame.

L'armure satin est bien adaptée au moulage de formes complexes. [7]



**Figure 1.2 :** Les principaux types d'armures utilisées pour le tissage des tissus.

➤ Tissu croisé sans entrecroisement

Dans un tissu croisé, deux nappes de fils sont superposées sans entrecroisement des fils, et réunies par une chaîne et une trame de fils fins, n'intervenant pratiquement pas sur les performances mécaniques du tissu. L'absence d'entrecroisement supprime les effets de cisaillement et donne un tissu très performant mais coûteux [7].

➤ Tissu à armure unidirectionnelle

Dans un tissu unidirectionnel, les fils sont alignés parallèlement à la direction chaîne, et ils sont réunis par un fil fin dans la direction trame. Ainsi, le tissu est unidirectionnel avec des performances élevées dans la direction chaîne.

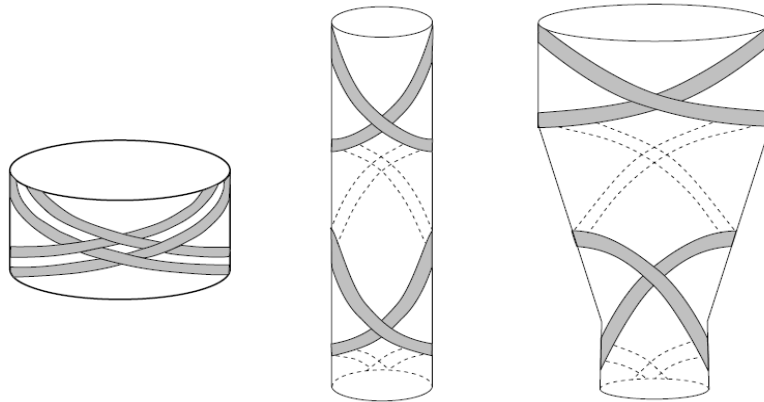
Les performances mécaniques des divers tissus dépendent :

- du type de fils constituant le tissu : nature (verre, carbone, etc.), fils avec ou sans torsion, etc.
- de l'armure. Les armures unidirectionnelles et haut module donnent les meilleures performances. L'armure satin et, à un degré moindre, le sergé ont des performances supérieures à celles de l'armure toile.
- de la contexture, par le taux de renfort global et selon chacune des directions chaîne et trame du tissu [7].

### **I.5.5.3 Structures tissées multidirectionnelles**

#### **I.5.5.3.1 Tresses et préformes**

Il est possible de réaliser des tresses ou préformes par tissage cylindrique ou conique d'un tissu tubulaire. Les fils s'entrecroisent en hélice, dont la variation du pas (figure 1.3) permet d'ajuster la tresse à la forme qu'elle doit recouvrir. Il est ainsi possible de réaliser une pièce de révolution ayant un diamètre variable le long de son arc. Par ce procédé, divers tissus peuvent être obtenus en forme de "chaussettes" coniques, ogivales ou hémisphériques, utilisées pour satisfaire aux besoins de la construction aéronautique (cône de rentrée, tuyères, etc.) [7].



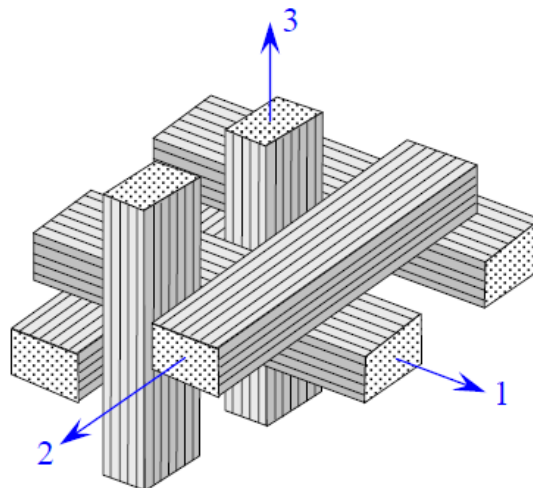
**Figure 1.3 :** Tissages cylindrique et conique.

### I.5.5.3.2 Tissus multidirectionnels

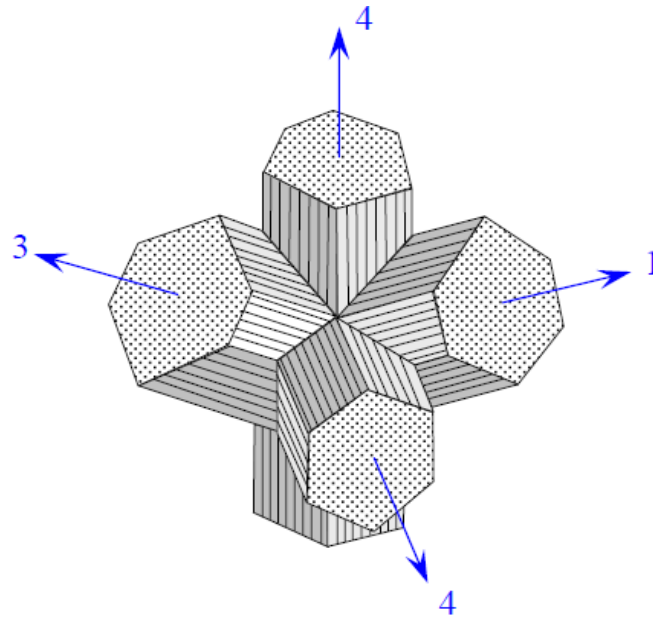
Des tissages volumiques sont également utilisés, et caractérisés par le nombre de directions de tissage : 3D, 4D, etc. La structure la plus simple est celle du tissage 3D, où les fils sont disposés suivant 3 directions orthogonales (Figure 1.4).

Dans un tissage 4D, les fils sont disposés suivant 4 directions (Figure 1.5).

L'objectif est d'obtenir des matériaux composites isotropes [7].



**Figure 1.4 :** Tissage 3D orthogonal



**Figure 1.5 : Tissage 4D**

## I.6 Conclusion

Cette partie est une introduction aux matériaux composites en général, qui est un domaine vaste qui concerne pratiquement tous les secteurs de l'industrie moderne au vu des avantages que ces matériaux là présentent. Cette étude portant sur les composites à matrice organique, la suite de ce travail sera consacrée en majeure partie a cette catégorie de matériaux.



# Chapitre II

*Les procédés de  
fabrication des C.M.O*

## II.1 Introduction

Les méthodes de mise en œuvre spécifiques aux matières plastiques renforcées ont contribué à l'évolution des termes utilisés pour désigner ces matériaux depuis leur origine, c'est-à-dire depuis une cinquantaine d'années.

Le terme stratifiés a été longtemps employé pour rappeler la constitution même du matériau : des « strates », ou couches successives de fibres de verre ou d'autres produits en feuilles (papiers, tissus de coton, etc.) et de résine thermodurcissable.

Puis l'appellation stratifiés basse pression a été préférée pour distinguer les procédés d'obtention de ces matériaux de ceux utilisés pour les stratifiés haute pression. En effet, ces stratifiés basse pression étaient obtenus par moulage sans pression (moulage manuel ou par enroulement) ou par moulage à très faibles pressions (quelques mégapascals) entre moule et contre-moule.

Le renfort de verre utilisé était alors essentiellement présenté sous forme de feutre (mat), de tissu, ou sous forme de mèches (stratifil ou roving).

L'évolution des besoins a peu à peu nécessité l'utilisation d'autres méthodes mettant en œuvre d'autres matrices, de nouvelles présentations de la fibre de verre ainsi que d'autres fibres ou des hybrides.

Les tonnages les plus importants sont encore obtenus avec le couple verre/UP (polyester insaturé) [8].

## II.2 Mise en œuvre des matériaux composites

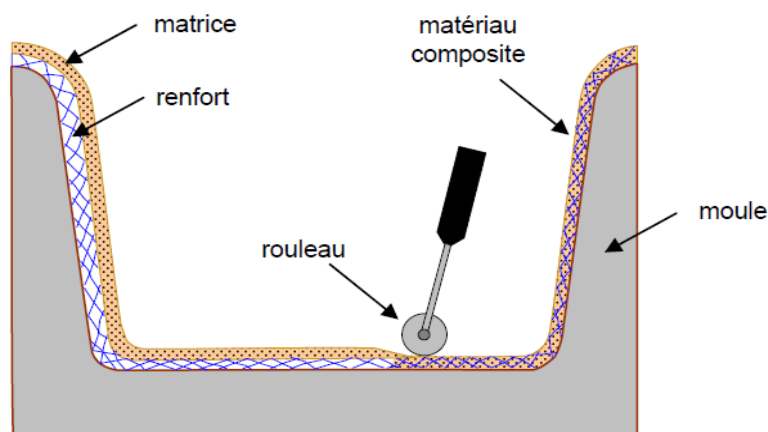
### II.2.1 Moulage sans pression

Les méthodes de moulage à froid et sans intervention d'une presse sont les méthodes les plus simples à mettre en œuvre. Elles nécessitent un minimum d'équipement et par conséquent d'amortissement. Cette facilité a été à l'origine du succès des matériaux composites à fibres de verre, dans l'industrie et l'artisanat.

Ces méthodes permettent la réalisation de pièces en petites et moyennes séries, sans restriction de formes et dimensions. Bien que la proportion de fibres puisse varier, elle reste toutefois limitée. Les pièces comportent une seule face lisse, reproduisant l'aspect du moule. Enfin, la qualité de la pièce moulée dépend dans une large mesure du savoir-faire du mouleur [7].

### II.2.1.1 Moulage au contact

Procédé manuel tant la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée, pour être mis en forme progressivement au moyen d'ébulleurs et de pinceaux. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [50].



**Figure 2.1 :** Principe du moulage au contact.

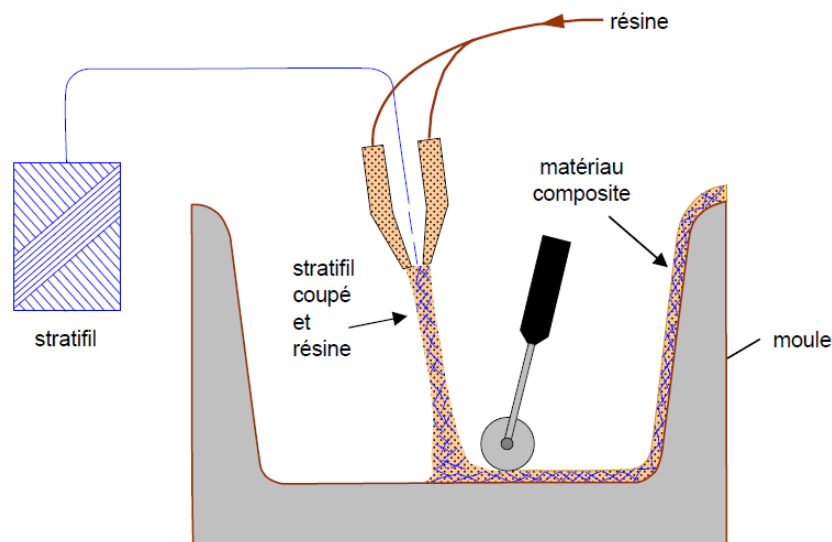
Le moulage est ensuite effectué selon les opérations suivantes :

1. Le moule est enduit avec de la résine catalysée et accélérée, au pinceau ou au rouleau.
2. Le renfort : mat, tissu, etc., est disposé dans le moule. Divers types de renforts peuvent être utilisés suivant les différentes parties de la pièce. Les renforts doivent alors se superposer.
3. Le renfort est ensuite imprégné avec la matrice, puis un ébullage est effectué avec un rouleau cannelé.
4. Après gélification de la première couche, les couches suivantes sont appliquées, en utilisant la même technique. Des inserts peuvent être mis entre ces couches : tubes, vis, écrous, armatures, etc.
5. Le démoulage est ensuite effectué après un temps qui dépend de la résine et de la température (de l'ordre de 10 heures).
6. La polymérisation est ensuite effectuée en milieu ambiant pendant plusieurs semaines. Cette polymérisation peut éventuellement être accélérée par étuvage (par exemple 5 à 10 heures, aux environs de 80 °C).

7. Après polymérisation, on procède à la finition de la pièce : ébarbage, ponçage, éventuellement peinture, etc. [7].

### II.2.1.2 Moulage par projection simultanée

La résine catalysée et les fibres de renfort coupées sont projetées simultanément au moyen d'un pistolet sur une forme [49], l'ensemble fonctionnant par air comprimé. La couche de fibres imprégnées de résine est ensuite compactée et débarrassée des bulles au rouleau cannelé.



**Figure 2.2 :** Moulage par projection simultanée

Le moulage par projection permet des pièces, avec un bas prix de revient. Le renfort est toutefois limité à des fibres coupées, et les caractéristiques mécaniques du matériau restent moyennes.

#### ➤ Cas d'utilisation

- Production de pièces de moyennes à grandes dimensions
- Recherche de réduction des coûts par rapport au contact
- Petite et moyenne série [50].

## II.2.2 Moulage sous vide

Ce procédé est encore appelé moulage en dépression ou moulage au sac. Comme dans le cas du moulage au contact, on utilise un moule ouvert sur lequel on dispose les couches de renfort imprégné, ainsi éventuellement que les âmes de remplissage lorsqu'il s'agit de matériaux sandwichs. Une feuille de plastique souple vient couvrir le tout hermétiquement (pose d'un joint d'étanchéité sur le périmètre de la pièce). On fait le vide sous la feuille de plastique. Il y'a alors compactage de la pièce, élimination des bulles d'air, fluage de l'excédent de résine qui est absorbé par un tissu de pompage. L'ensemble est ensuite soumis à polymérisation [48].

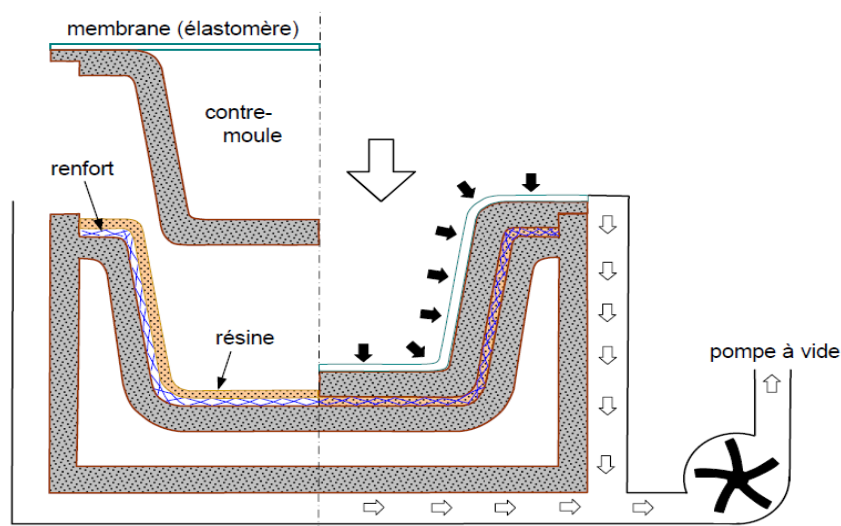
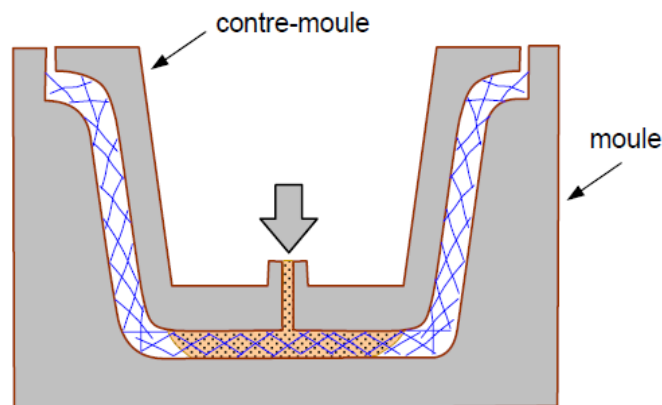


Figure 2.3 : Moulage sous vide ou par dépression

## II.2.3 Moulage par compression

### II.2.3.1 Moulage par injection de la résine

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfert Molding) s'effectue entre moule et contre-moule rigides. Le renfort (mats, préforme, éventuellement tissus) est disposé dans l'entrefer du moule. Une fois celui-ci solidement fermé, la résine, accélérée et catalysée, est injectée sous faible pression (1.5 à 4 bars) à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. Après durcissement de la résine, le moule est ouvert et la pièce démoulée [50].



**Figure 2.4 :** Moulage par injection de résine.

### II.2.3.2 Moulage par compression à froid

Moulage à l'aide d'une presse à compression entre moule et contre-moule rigides en composite, initialement sans apport thermique extérieur. Moule ouvert, le renfort (mat) est posé sur la partie inférieure du moule et la résine, dotée d'un système catalytique très réactif, est versé en vrac sur le renfort.

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

Les performances du procédé peuvent être considérablement améliorées par l'usage de moules métalloplastiques, voire métalliques, et d'un système de régulation thermique basse température [50].

### II.2.3.3 Moulage par compression à chaud

Cette technique permet d'obtenir des pièces en grandes séries au moyen de presses hydrauliques et de moules métalliques chauffants.

Le renfort, constitué par du mat à fils coupés ou à fils continus, par des tissus ou par des préformes, est déposé sur le moule chauffant, enduit au préalable d'un agent de démoulage. Puis la résine catalysée est coulée en vrac sur le renfort. Le moule est fermé suivant un cycle déterminé par descente et pressage du contre moule. Le temps de pressage est lié au temps de polymérisation de la résine, fonction de la réactivité de la résine et de l'épaisseur de la pièce. Le moule est ensuite ouvert, et la pièce éjectée [7].

Ce procédé de moulage permet d'obtenir des proportions importantes de renfort, et par conséquent des pièces de bonnes caractéristiques mécaniques. Les dimensions des pièces sont fonction de l'importance de la presse. La pression de moulage est de l'ordre de 10 à 50 bars, la température des moules de l'ordre de 80 à 150 °C. Les cadences de fabrication peuvent atteindre 15 à 30 pièces par heure. Elles nécessitent un investissement important en matériel, presse et moule [7].

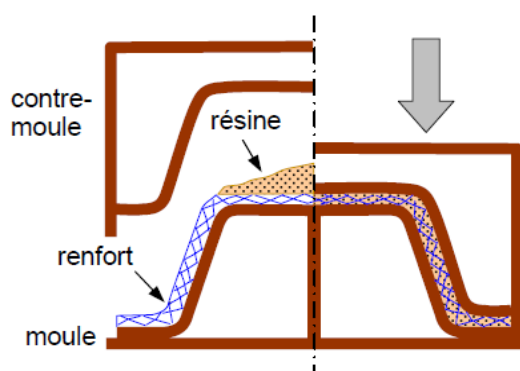


Figure 2.5 : Moulage par compression à froid

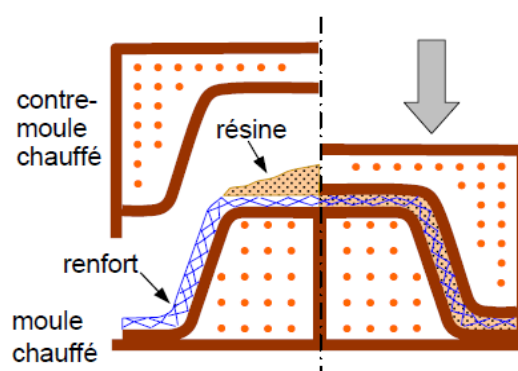


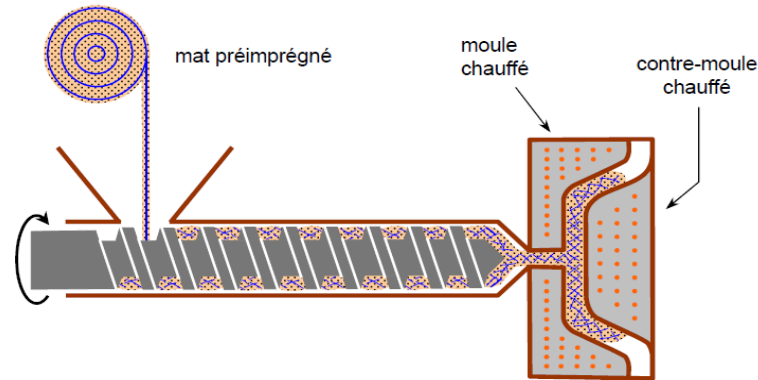
Figure 2.6 : Moulage par compression à chaud

### II.2.3.4 Moulage par injection

La méthode de moulage par injection est la méthode la plus répandue des méthodes de mise en œuvre des thermoplastiques armés (les autres méthodes étant l'extrusion, l'extrusion soufflage, le thermoformage, etc.).

Le moulage par injection est réalisé sur les presses conventionnelles utilisées pour l'injection des résines thermoplastiques. Des granulés comportant la résine et le renfort (fibres courtes, billes, etc.) ou des mats préimprégnés sont extrudés par une vis d'Archimède. La matrice est fluidifiée par chauffage et injectée sous pression élevée dans un moule chauffé, où a lieu la polymérisation.

Le type de matériaux obtenus est plus généralement appelé "plastiques renforcés" que matériaux composites. En effet, compte tenu de la nature des renforts (fibres courtes, sphères, etc.), la contrainte à la rupture et le module d'Young des résines sont multipliés par un facteur de l'ordre de 2 à 4. Cette technique est adaptée à la production de pièces en très grandes séries [7].



**Figure 2.7 :** Moulage par injection.

### II.2.4 Moulage en continu

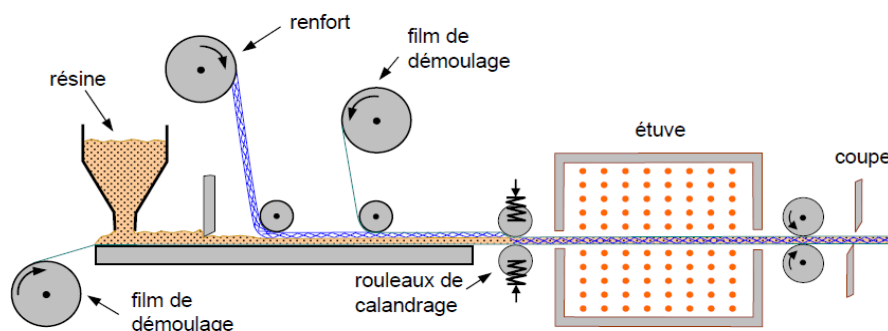
Le moulage en continu permet la fabrication de plaques planes, panneaux, sandwiches, de panneaux ondulés pour toitures, plaques nervurées, etc.

Schématiquement, ce procédé peut être séparé en plusieurs phases :

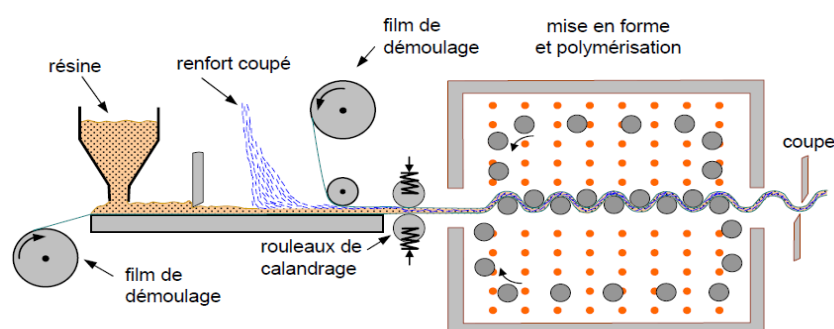
1. Une phase d'imprégnation des renforts : fibres, mats ou tissus. La résine catalysée et le renfort sont véhiculés sur un film de démoulage (cellophane, mylar, polyéthylène, etc.).
2. Une phase de mise en forme.
3. Une phase de polymérisation, effectuée dans une étuve (60 à 150 °C) en forme de tunnel, dont la longueur est fonction de la température et de la résine (15 à 50 m de long).
4. Une phase de refroidissement et découpage. Dans le cas de la fabrication de plaques planes, la mise en forme est simplement réalisée par une mise à l'épaisseur de la plaque, par pressage entre des rouleaux de calandrage.

Dans le cas de panneaux ondulés, la mise en forme intervient au cours de la polymérisation, par l'intermédiaire de rouleaux mobiles.

Le procédé de moulage en continu peut être entièrement automatisé, et permet alors d'élaborer des plaques ou panneaux en continu. Il nécessite toutefois un investissement très important en matériel [7].



**Figure 2.8 :** Moulage en continu de plaques



**Figure 2.9 :** Moulage en continu de panneaux ondulés

### II.2.5 Moulage par pultrusion

Le procédé de moulage par pultrusion sert pour la fabrication de profilés, rectilignes ou courbes, à section constante, hautement renforcés dans la direction principale.

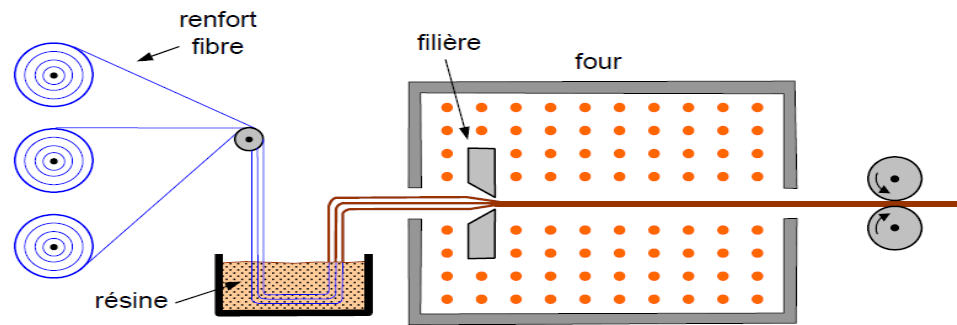
Dans cette technique, les renforts : fils, stratifils, rubans, etc., passent dans un bain de résine catalysée où ils sont imprégnés. Ils traversent ensuite une filière chauffée dans laquelle ont lieu simultanément mise en forme du profilé et polymérisation de la résine.

Ce procédé est applicable aux résines thermoplastiques et thermodurcissables. Les profilés obtenus ont des caractéristiques mécaniques élevées, compte tenu de la possibilité d'obtenir des proportions de renfort élevées jusqu'à 80 % en volume.

Le procédé est adapté aux productions d'assez grandes séries (vitesse de défilement jusqu'à 20 m/h). Il nécessite un investissement important en matériel.

Exemples de fabrication : cannes à pêche, profilés divers, raidisseurs, etc. [7].

Les mèches imprégnées de résine thermoplastique peuvent également servir à la réalisation de profilés pultrudés. Le principe est le même que celui de la pultrusion des résines thermodurcissables [8].



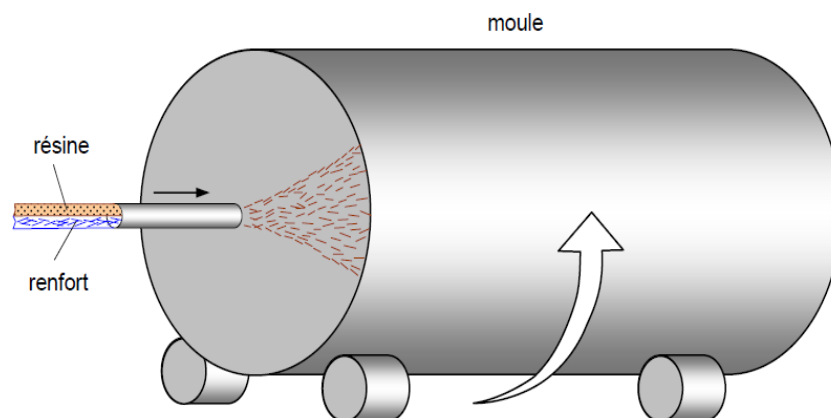
**Figure 2.10 :** Moulage par pultrusion

### II.2.6 Moulage par centrifugation

Ce procédé est utilisé pour la fabrication de tubes. Il permet une répartition homogène de la résine et des états de surfaces soignés, y compris sur la face interne du tube. La longueur des tronçons est limitée par celle du moule. Le démoulage se fait par retrait des résines polyester. Les cadences varient avec le diamètre et la longueur des pièces (jusqu'à 500 Kg de composite par jour) [48].

L'imprégnation du renfort par la résine est réalisée sous l'effet de la centrifugation. La stratification s'effectue par passages successifs de la buse d'alimentation en résine et renfort. La polymérisation est effectuée à température ambiante, ou éventuellement accélérée dans une étuve.

Un renfort sous forme de rouleau (mat, tissu, etc.) peut être introduit éventuellement en discontinu avant rotation du moule. La résine est introduite ensuite lors de la centrifugation. Après polymérisation, la pièce cylindrique est extraite du moule, le retrait des résines permettant le démoulage. Cette technique permet d'obtenir un bel aspect de surface à l'extérieur, avec un diamètre et une épaisseur des pièces bien calibrés. Ce processus d'élaboration nécessite un matériel de grande précision et un très bon équilibrage du moule [7].



**Figure 2.11** : Moulage par centrifugation

### II.2.7 Moulage par enroulement filamentaire

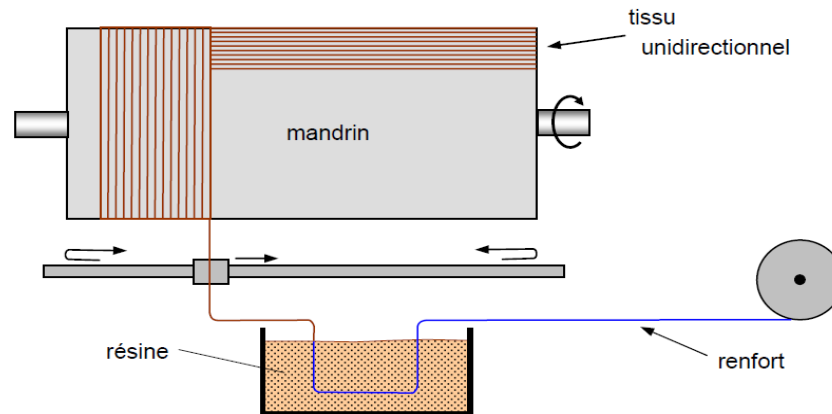
Il peut être intégré dans une chaîne de fabrication en continu, et ainsi autoriser l'obtention des tubes de grande longueur, avec des cadences jusqu'à 500 Kg de composite par jour. Application aux enveloppes de fusées, de torpilles, de conteneurs, tubes pour forages pétroliers ...

Pour des pièces de révolution à méridienne quelconque, l'enroulement est réalisé sur un mandrin de forme, démontable, puis polymérisé en étuve ou en autoclave. Le pourcentage en volume du renfort est élevé (jusqu'à 85 %). Le procédé est utilisé pour la fabrication des pièces devant résister aux pressions internes : réservoirs, corps de propulseurs [48].

#### II.2.7.1 Enroulement circonférentiel

Le bobinage est effectué à  $90^\circ$  par rapport à l'axe du mandrin et confère une résistance tangentielle élevée. Pour obtenir une résistance longitudinale satisfaisante, il est nécessaire d'intercaler des couches de tissus unidirectionnels dans le sens axial du mandrin.

Ce type d'enroulement est assez peu utilisé [7].



**Figure 2.12** : Principe de l'enroulement circonférentiel

## II.2.7.2 Enroulement hélicoïdal

### II.2.7.2.1 Enroulement discontinu

La direction d'enroulement des fils est inclinée par rapport à l'axe du mandrin d'un angle dont la valeur est déterminée par le mouvement relatif du guide-fils par rapport à la rotation du mandrin. La valeur de l'angle est choisie en fonction du rapport souhaité entre la résistance tangentielle et la résistance transversale.

La nappe de fils est régulièrement répartie et stratifiée sur toute la surface du mandrin par des mouvements alternatifs des guide-fils parallèlement à l'axe du mandrin. Ce type d'enroulement donne une grande liberté pour la disposition angulaire des fils. Il permet en particulier de réaliser des couches successives avec des angles différents.

Ce procédé d'enroulement a de nombreuses applications pour la fabrication de pièces de grandes dimensions comme des conteneurs, la fabrication d'enveloppes de fusées, de torpilles, de tubes de forage pétrolier, de bouteilles de gaz, etc. [7].

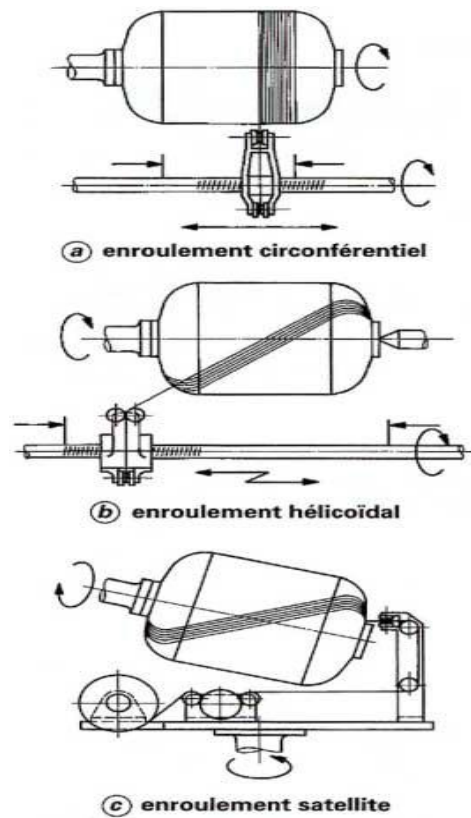


Figure 2.13 : Moulage par enroulement discontinu [8].

### II.2.7.2.2 Enroulement continu

L'enroulement continu permet la fabrication industrielle de tubes et tuyaux hautes performances de divers diamètres et grandes longueurs [7].

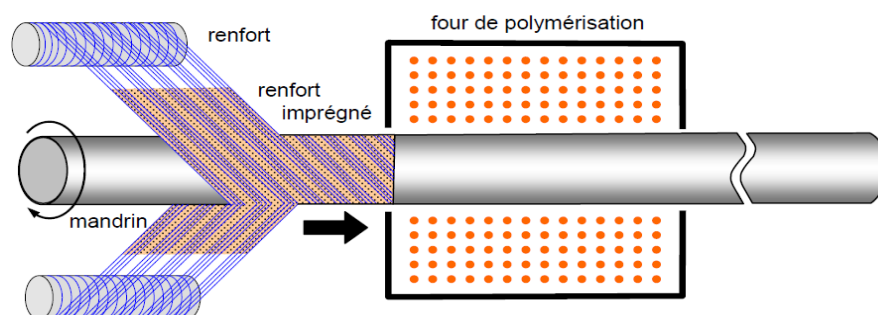


Figure 2.14 : Enroulement hélicoïdal continu

### II.2.7.2.3 Enroulement polaire

L'enroulement polaire permet de fabriquer des pièces à extrémités sphériques sans discontinuité de l'enroulement. Dans ce type d'enroulement, le mandrin doit posséder trois degrés de liberté en rotation, permettant de commander 3 rotations simultanées ou non.

Cette technologie sert à fabriquer des réservoirs haute pression, des réservoirs de moteurs de fusée, des équipements spatiaux, etc. [7].

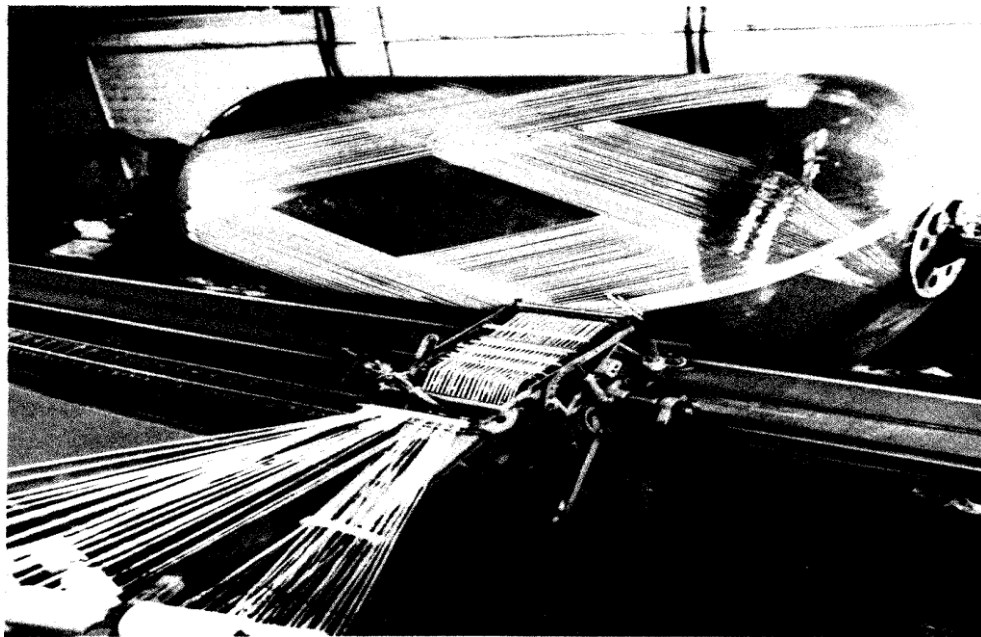


Figure 2.15 : Enroulement polaire

### II.2.8 Mandrins

Les mandrins pour l'enroulement filamentaire doivent permettre le démoulage.

Ils peuvent être :

- en métal, en bois, etc., monobloc ou en plusieurs éléments démontables;
- en matériau à bas point de fusion;
- en matériau soluble : par exemple grains de sable agglomérés dans un liant soluble dans l'eau;
- en élastomère gonflable [7].

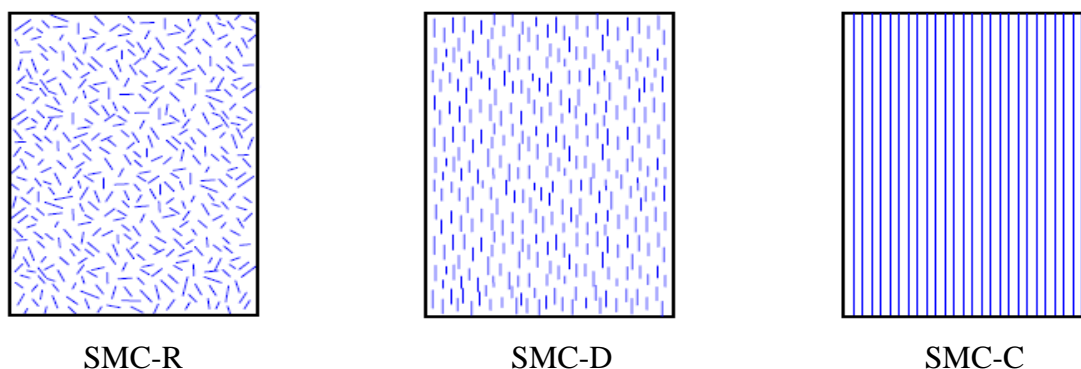
## II.2.9 Les compounds de moulage

### II.2.9.1 Généralités

Le compound B.M.C (Bulk Molding Compound) préparé dans un malaxeur est une masse à mouler constituée de résine, de charges et d'adjuvants divers, renforcée par des fils de verre coupés. Le compound est moulé à chaud (130 - 150 °C) par injection (principalement) entre moule et contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) de fermeture du moule entraîne le fluage de la matière préalablement dosée et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court permet un démoulage rapide [50]. Parmi ces compounds, les plus utilisés sont :

- Les SMC : Sheet Moulding Compounds,
- Les HMC: High Moulding Compounds.

Divers autres types de compounds existent et sont développés pour chaque utilisation spécifique. Un des intérêts des compounds polyesters réside dans un temps de polymérisation très court (quelques minutes), d'où la possibilité de les utiliser dans des productions de grandes séries [7].



**Figure 2.16** : Différentes distributions des fibres dans les SMC

### II.2.9.2 Principe

Le SMC est un composé de moulage lamifié (“sheet” signifie “feuille”), comportant une proportion de fibres assez faible (30 % en masse), et une forte proportion de charges (50 % en masse) dans la résine. Les fibres peuvent être (figure 2.16) :

- soit des fibres coupées (généralement 25 à 50 mm), réparties au hasard dans le plan de la feuille (SMC-R);
- soit des fibres coupées unidirectionnelles (SMC-D);
- soit des fibres continues unidirectionnelles (SMC-C) [7].

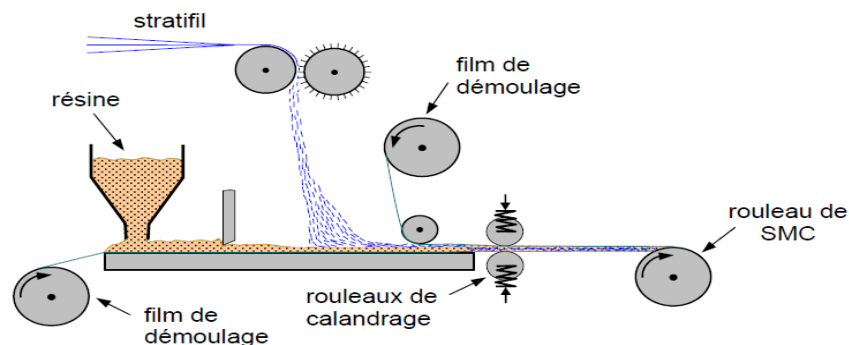
Il existe également des SMC mixtes : par exemple SMC-D/R (fibres coupées unidirectionnelles et réparties au hasard), SMC-C/R (fibres continues unidirectionnelles et fibres coupées réparties au hasard). Les fibres peuvent être de diverses natures : verre, carbone, Kevlar, ou mixtes.

En diminuant la proportion des charges dans la résine, il est possible d'augmenter la proportion de fibres de 30 à 50 % en masse. Le compound est alors appelé HMC et possède des caractéristiques mécaniques élevées [7].

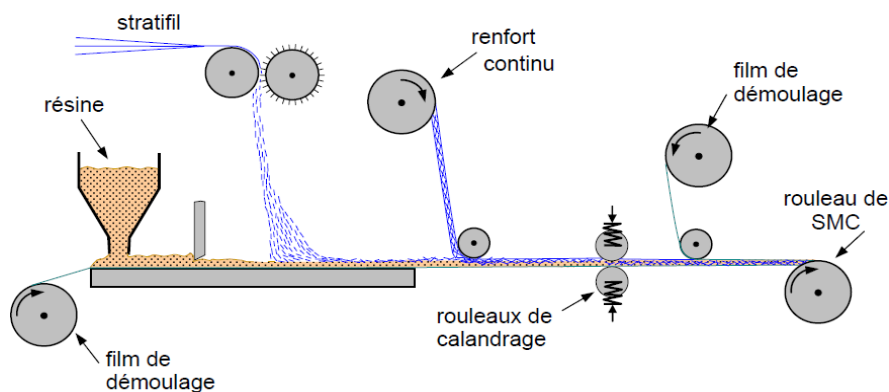
### II.2.9.3 Elaboration

Le principe d'élaboration des compounds est donné à la figure (2.17) pour les SMC-R et à la figure (2.18) pour les SMC-C/R. La résine sous forme de pâte est véhiculée sur une feuille de polyéthylène. Les fibres sont déposées sur la résine, puis recouvertes par une deuxième feuille de polyéthylène. L'ensemble passe dans un système de compactage, pour être ensuite enroulé.

La polymérisation de la résine est retardée par adjonction d'oxyde de magnésium. Le compound se présente alors sous forme de feuilles molles et poisseuses [7].



**Figure 2.17** : Principe d'élaboration d'un SMC-R.



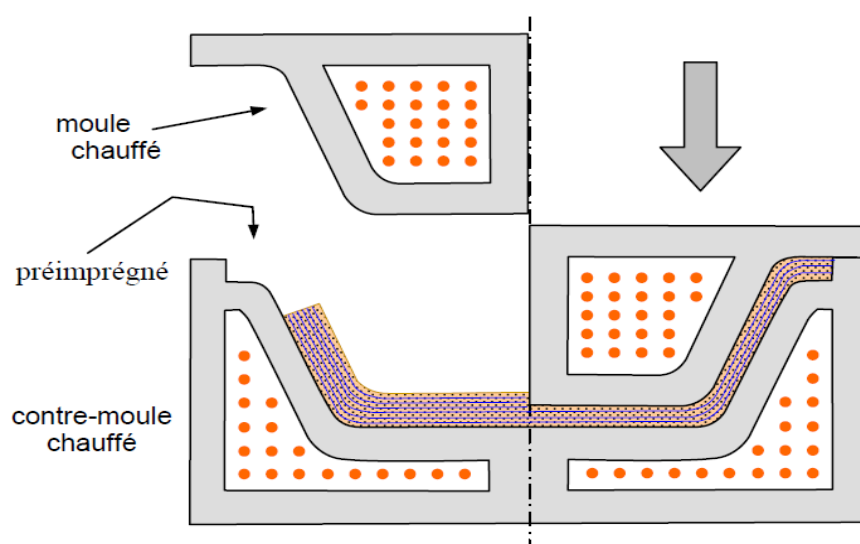
**Figure 2.18** : Principe d'élaboration d'un SMC-C/R.

#### II.2.9.4 Mise en œuvre

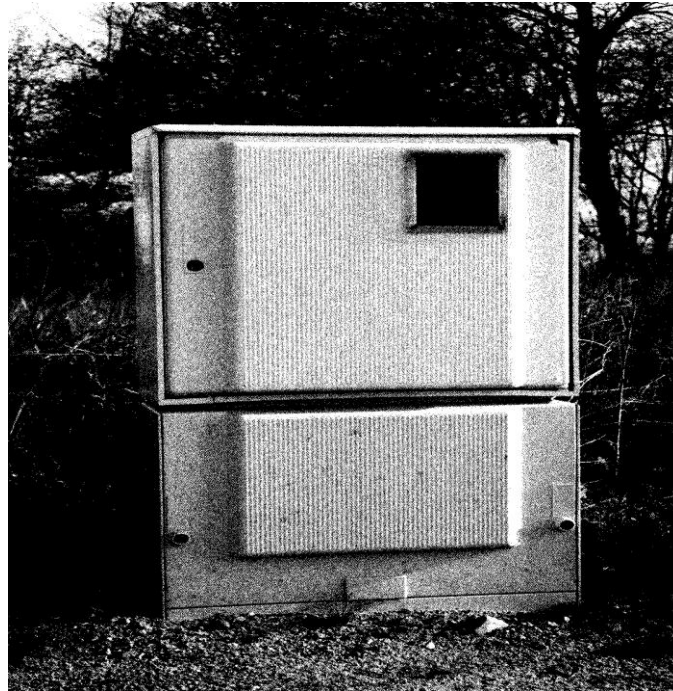
Le moulage est effectué selon les techniques traditionnelles de moulage par compression (figure 2.19). Des “flans” de compounds sont découpés dans les feuilles et placés entre le moule et le contre-moule. La forme des flans ne doit pas nécessairement être adaptée aux dimensions du moule. En effet, à la différence des préimprégnés, les compounds ont une proportion élevée (50 à 70 % en masse) de matrice. Lors de la compression à chaud, la matière s'écoule (on dit qu'elle “flue”), et vient remplir tout le moule. Lors de cet écoulement, il peut y avoir réorientation des fibres. Le rôle du concepteur sera de rechercher la forme et l'épaisseur optimales des flans pour obtenir les caractéristiques finales souhaitées de la pièce après durcissement.

Ainsi les compounds permettent la fabrication de très grandes pièces à formes éventuellement complexes comportant nervures et bossages à embouti profond, telles que cabines de camions, de voitures, etc. Le fait de mouler des pièces de surfaces de plus en plus grandes conduit à utiliser des presses de plus en plus puissantes.

Les gros tonnages ont d'abord été réalisés dans le domaine de l'électrotechnique (figure 2.20), puis dans celui de l'automobile (par exemple pare-chocs d'automobiles, capot-moteur d'automobiles, etc.). Les applications des compounds touchent aujourd'hui tous les secteurs industriels [7].



**Figure 2.19 :** Moulage par compression à partir d'un compound.



**Figure 2.20** : Coffret de comptage électrique pour maisons individuelles.

### II.3 Conclusion

Les procédés de fabrication des composites sont divers et varient selon le matériau à concevoir, l'application pour laquelle il est conçu, les propriétés dont il doit disposer ... etc. Les matériaux utilisés dans cette étude ont été fabriqués avec le procédé de moulage au sac en autoclave dit : « procédé d'élaboration classique du stratifié » qui sera détaillé dans la partie expérimentale (Chapitre IV).

A decorative border resembling a scroll, with a black outline and grey shaded circular elements at the top corners and a vertical strip on the left side.

# Chapitre III

*Le vieillissement des  
matériaux composites à  
matrice organique*

### III.1 Introduction

Depuis près d'un demi siècle, les composites à matrice organique (CMO) sont utilisés en construction navale. Présentant une insensibilité à la corrosion et une bonne résistance aux milieux agressifs, ces matériaux ne cessent naturellement d'être sollicités pour diverses applications, ce qui fait qu'ils sont désormais incontournables pour l'ingénieur, et l'établissement des critères et modèles permettant de prévoir leur vieillissement est un enjeu primordiale. Cela nécessite non seulement de définir l'évolution des propriétés mais aussi de comprendre les phénomènes de détérioration qui interviennent (Physico-chimiques, physiques, mécaniques).

La définition d'un modèle de comportement nécessite d'acquérir un maximum d'informations sur les constituants et la structure du matériau, d'identifier le plus exactement possible les sollicitations (Thermiques, mécaniques, ...) auxquelles le composite est soumis en condition opérationnelle. Il est nécessaire d'avoir recours aux vieillissements accélérés réalistes.

### III.2 Définition

Les mécanismes de vieillissement des composites à matrice organique sont très divers et varient en fonction du polymère, des conditions de vieillissement comme la température, l'humidité, la pression d'oxygène, mais aussi en fonction de l'état de référence (cycle de cuisson, vitesse de refroidissement, contraintes internes), des conditions de mise en œuvre de la structure des matériaux (géométrie).

Le vieillissement désigne toute altération des propriétés d'un matériau au cours du temps, ces propriétés peuvent être des caractéristiques mécaniques, physico-chimiques, de surface ... .

### III.3 Vieillessement naturel et accéléré

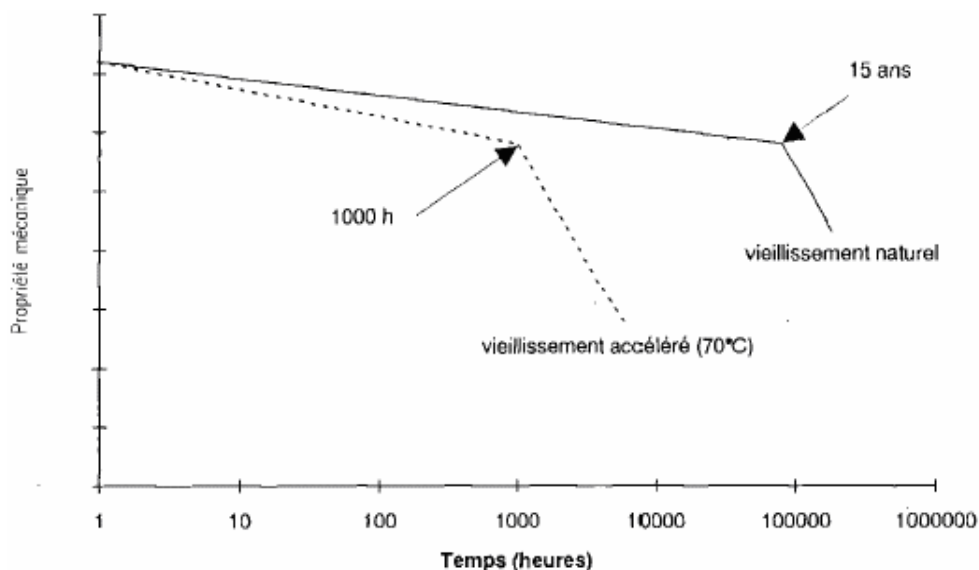
Les vieillissements naturels sont souvent trop lents pour évaluer la résistance du matériau, il est nécessaire d'avoir recours à des vieillissements accélérés, pour prévoir un comportement sur des délais relativement courts mais aussi représentatif que possible de la dégradation naturelle du matériau. Ceci ne permet pas d'avoir les détails de la détérioration

mais permet par contre d'avoir des baisses de performances des matériaux au cours du vieillissement. Ces vieillissements requièrent la connaissance des principaux mécanismes de dégradation des CMO pour ne pas en introduire d'autre en cours d'expérience. Le terme vieillissement sous-entend que le processus est qualitativement le même, seule la vitesse du processus varie.

Le vieillissement accéléré est utilisé pour contrôler les similitudes avec le vieillissement naturel, et la température est un facteur essentiel dans ce processus d'accélération mais cette variation est limitée jusqu'à un certain seuil, au delà de ce seuil, le comportement de la matrice se modifie rapidement et il n'est plus représentatif [9].

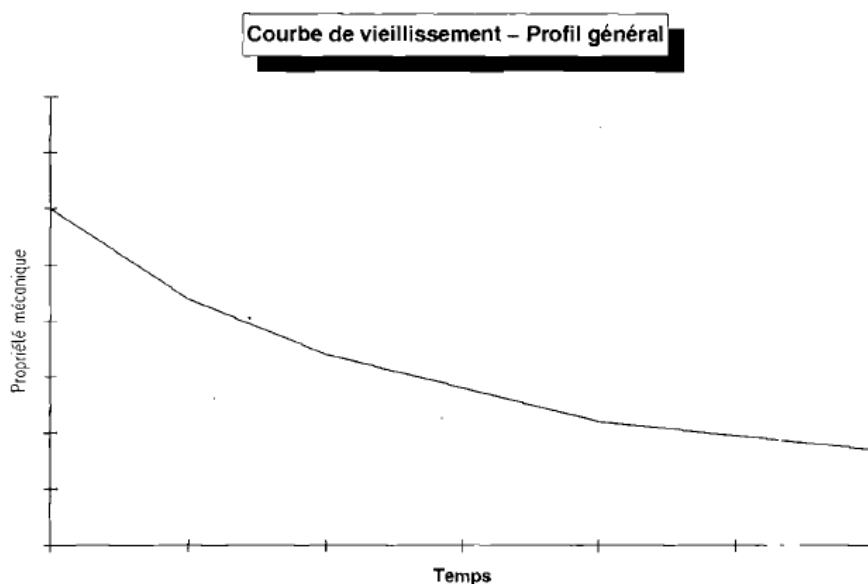
### III.4 Corrélation entre le vieillissement naturel et accéléré

Afin de s'assurer de la résistance au vieillissement des composites, de nombreux travaux ont été réalisés. Gutierrez et al [10] ont entrepris des essais de vieillissement naturel (21 ans) sur des résines polyesters et époxy avec différents types de renforts. Ces essais permettent de décrire dignement le comportement du matériau, mais une durée aussi longue reste l'inconvénient majeur. C'est pourquoi des essais de vieillissement accélérés furent menés en parallèle dans différents environnements (eau bouillante, eau de mer naturelle et synthétique et en eau douce) à des températures variant de 20°C à 70°C pour des durées allant de 4 heures jusqu'à 8000 heures. Pour le polyester, ils ont observé une symétrie très nette entre vieillissement naturel et accéléré. Ainsi, ils ont constaté que 1000 heures de vieillissement accéléré provoquent la même dégradation que 15 ans en conditions naturelles (Figure 3.1).



**Figure 3.1 :** Courbe de vieillissement « échelle semi –logarithmique » [10].

De même, ils ont noté que, quelque soit le type de vieillissement, on obtient toujours le même type de courbes qui mettent en évidence la baisse des propriétés mécaniques (figure 3.2). Même si les facteurs de corrélation entre vieillissement naturel et accéléré ne sont pas toujours connus puisqu'ils diffèrent suivant la nature des matériaux, les essais de vieillissement accéléré permettent de sélectionner ou valider plus rapidement un matériau [11].



**Figure 3.2 :** Cinétique classique d'évolution des propriétés mécanique des matériaux soumis au vieillissement [10].

## III.5 Mécanismes de vieillissement

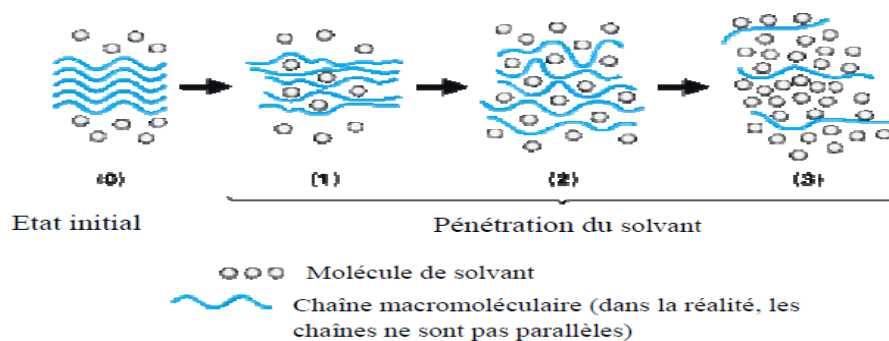
### III.5.1 Vieillessement physique

Il englobe les phénomènes dans lesquels la structure chimique des macromolécules et autres constituants du matériau polymère n'est pas modifiée. Il englobe, les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, les phénomènes de relaxation, les phénomènes liés aux transferts de masse comme l'absorption ou la diffusion de molécules [9].

Il est reconnu qu'en dessous de sa température de transition vitreuse  $T_g$ , un polymère n'est généralement pas dans un état d'équilibre thermodynamique. En effet, au cours d'un refroidissement, le matériau se fige avec un excès de volume libre et d'enthalpie au passage de la zone de transition vitreuse. Le vieillissement physique, qui est un phénomène réversible, résulte alors d'une restructuration progressive des molécules dans le polymère vers une configuration plus stable et se traduit par un gain de ductilité ou un gonflement du matériau [12].

Les molécules d'eau peuvent s'insérer dans le réseau tridimensionnel en brisant les liaisons secondaires, type Van Der Waals ou liaisons hydrogène, entre les groupes polaires des chaînes macromoléculaires voisines. Les groupes polaires du polymère vont se lier préférentiellement à une molécule d'eau. La rupture des liaisons entre les chaînes, qui assuraient en bonne partie la rigidité du matériau, va permettre une augmentation de mobilité des chaînes ou des segments de chaînes macromoléculaires. On parle dans ce cas de plastification. Cette mobilité accrue va affecter les propriétés mécaniques et physicochimiques du polymère. Les propriétés mécaniques (généralement les modules d'Young et de cisaillement), ainsi que l'évolution de la température de transition vitreuse  $T_g$  sont les plus étudiées. Dans la plupart des cas, on constate une diminution du module d'Young et du module de cisaillement ainsi qu'une baisse de  $T_g$ . Le phénomène est réversible [13].

La plastification s'accompagne aussi de gonflements, qui dans le cas des composites, conduit à l'apparition de contraintes interfaciales qui peuvent produire des déchaussements de fibres et des délaminages. Ce phénomène est d'autant plus important que la résistance de l'interface est faible [14]. La figure 3.3 schématise la pénétration du solvant dans un polymère.

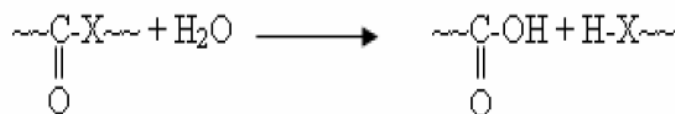


**Figure 3.3 :** Pénétration d'un solvant dans un polymère [13].

### III.5.2 Vieillessement chimique

Certaines études ont montré que la masse d'un échantillon peut augmenter continuellement lorsque celui-ci est placé dans un environnement très humide. La modification de certaines bandes d'absorption en infrarouge du polymère a amené certains auteurs à supposer un mécanisme de dégradation du polymère : l'hydrolyse [13] (Figure 3.4). Au cours de l'absorption, les molécules d'eau peuvent remplacer les liaisons hydrogène déjà existantes par des liaisons hydrogène entre l'eau et le polymère. Le résultat de ces interactions chimiques à long terme est la dégradation de la résine et de l'interface par hydrolyse.

L'hydrolyse est activée thermiquement et est susceptible d'être catalysée par divers agents chimiques : ions OH<sup>-</sup>, H<sup>+</sup>, métaux de transition, d'où l'influence de la composition du milieu réactionnel dans le vieillissement. Le greffage d'eau sur les chaînes macromoléculaires se caractérise par une masse supérieure à la masse initiale de l'échantillon même après séchage [13].



**Figure 3.4.** Réaction de l'hydrolyse [13].

Où : X = -O- (polyesters, époxy durcis par anhydrides) ; -NH- (polyamides, polyuréthanes) etc. Il peut y avoir aussi des coupures de chaînes entre nœuds de réticulation et ainsi création de fragments de chaînes macromoléculaires se retrouvant libres dans le réseau et pouvant diffuser vers le milieu extérieur. On parle dans ce cas de lessivage. Il se crée alors un volume libre qui peut accueillir des molécules d'eau supplémentaires. Ce lessivage peut être mis en évidence directement par gravimétrie en absorption de solvant (augmentation puis diminution de la masse globale de l'échantillon) [13].

A.M. Visco et al [16] ont mené une étude comparative entre un composite à matrice vinylester et un autre à matrice polyester tous deux immergés en eau de mer, ils ont conclu que le composite à matrice vinylester présente une meilleure résistance à l'absorption et cela est dû à une polymérisation plus lente de la résine vinylester ce qui lui permet d'organiser ses chaînes macromoléculaires d'une manière plus compacte, ce qui lui donne une stabilité chimique élevée et cela est en lien direct avec le vieillissement du composite.

### III.5.3 Dégradation de l'interface fibre/matrice

Des résultats d'étude des effets de l'eau sur l'adhésion entre les fibres et la matrice ont été rapportés par Lebel [15]. La résistance au cisaillement de l'interface fibre-matrice est réduite à une valeur presque nulle en 400 heures lors d'une exposition à de l'eau à une température de 75°C, alors qu'une exposition à de l'eau à 60°C ne provoque qu'une diminution de 40 à 50% après 13000 heures d'immersion, et à 22°C, la perte de résistance n'est que de 20% pour le même temps d'immersion. Le phénomène est réversible, car ces pertes de résistance peuvent être récupérées à la suite d'un séchage à 80°C pendant 72 heures, sauf pour le cas d'un vieillissement à 75°C où la récupération est moindre. Ces pertes et récupérations peuvent être expliquées par le schéma de la figure 3.5 qui montre le mode de comportement de l'agent de couplage servant à améliorer la qualité de l'interface fibre-matrice en présence d'eau et à sec. Par ailleurs, A. Kootsookos et al [17] ont étudié la durabilité d'un composite carbone/matrice polymère immergé en eau de mer à 30°C pendant plus de deux ans, il est noté qu'un inconvénient de l'utilisation de ces composites en eau de mer est que l'interface fibre/matrice peut se dégrader par une réaction d'hydrolyse, l'eau de mer provoque un gonflement et une plastification de la matrice et un décollement de l'interface fibre/matrice ce qui réduit considérablement les propriétés mécaniques des composites, d'ailleurs, une baisse de masse en dessous de la masse initiale du composite a été enregistrée.

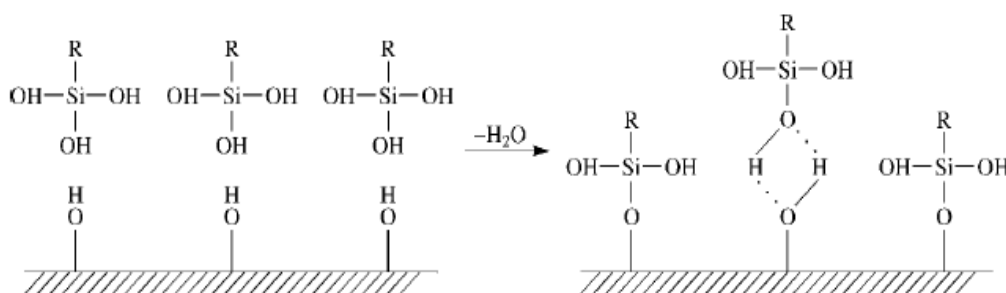


Figure 3.5 : Réaction chimique en présence de l'agent de couplage [15].

### III.5.4 Dégradation des fibres

Le mode de dégradation du verre, en milieu humide, dépend de sa composition chimique.

Dans le cas des verres alcalins, on observe le phénomène de lixiviation du verre. Il s'agit de l'extraction des ions alcalins superficiels (Na, Al, B, Ca, etc.) et leur remplacement par des protons. La consommation des protons entraîne l'augmentation progressive du caractère basique du milieu. La lixiviation des ions peut, pour les fibres de verre, conduire à la formation de microfissures, ce qui diminue la résistance mécanique de la fibre. Pour des verres très alcalins, l'altération du verre est généralisée et rapide. Dans le cas inverse, la dégradation est plus lente et localisée aux endroits où les ions ont été lixiviés [18].

Les fibres de carbone sont surtout sensibles à l'oxydation qui, sans protection, intervient pour des températures de 250 à 350 °C. À ces températures, une perte des propriétés mécaniques à la rupture (10 à 30 %) proportionnelle à la perte de masse est constatée.

Cette perte de masse est fonction du titre, du nombre de filaments... des fibres de carbone.

Les fibres de carbone à haut module (HM) sont moins sensibles à cette oxydation que les fibres à haute ténacité (HR) et présentent une faible chute de leurs propriétés mécaniques lors de leur vieillissement thermique. Les fibres de carbone de module intermédiaire (IM) présentent une stabilité à l'oxydation moyenne.

Dans le cas de vieillissement thermiques des CMO à renfort carbone, le vieillissement de la fibre (acceptable pour des températures < 250 °C) est négligé dans les modèles de prévision du comportement à long terme du composite structural [9].

L. Roy Xu et al [19] ont étudié l'endommagement dynamique et la durabilité du composite verre E/vinylester, une seule face à été mise en contact avec l'eau de mer qui à été soumise par la suite à des essais de choc, la rupture des fibres a été observée immédiatement derrière la chute du poids, et ce type de défaillance contribue d'une manière majeure à l'absorption d'énergie.

### III.5.5 Dégradation de la matrice

Les mécanismes de dégradation de la matrice sont contrôlés par la nature chimique du matériau, par ses propriétés et par l'agression à laquelle elle est soumise [9].

⇒ Les matrices thermodurcissables (70 % en volume de part de marché, dont 40 % pour les polyesters et 15 % pour les époxydes) sont des matériaux sensibles aux chocs, ce

qui nuit à leur durabilité. Leur fragilité est d'autant plus forte que la densité de réticulation est importante, et cette dernière augmente avec la thermostabilité du matériau nécessitant l'incorporation d'additifs (dopants élastomères, nanomatériaux) pour limiter les contraintes internes et les propagations de fissures [9].

- ⇒ Les matrices thermoplastiques (30 % en volume de part de marché, dont 13 % pour les polyamides et 7 % pour le polypropylène) sont des matériaux qui, au sens de leur durabilité, ont l'inconvénient de fluer et d'avoir une tenue au feu limitée. Elles permettent d'obtenir des composites avec une bonne résistance en cisaillement et en fatigue, un bon comportement vis-à-vis de l'environnement (humidité, milieu agressif) et sont intéressantes du point de vu de la résistance aux chocs [9].

## III.6 Loi et modèles de diffusion

### III.6.1 Diffusion Fickienne

Le modèle le plus simple pour la diffusion d'un solvant (espèce diffusante) dans un solide est donné par la loi de Fick (1855). Le gradient de concentration du solvant induit un flux  $\vec{\varphi}$  qui lui est proportionnel. C'est donc le moteur de la diffusion. La vitesse de diffusion est caractérisée par le coefficient de diffusion D. On a ainsi la première loi de Fick donnée par l'équation (III.1) suivante :

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

Où D : coefficient de diffusion du milieu en mm<sup>2</sup>/s  
C : concentration du solvant au sein du milieu

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

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

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

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

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

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle (suivant x), et que D est indépendant de la concentration, on a :

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

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

La diffusion fickienne est ainsi caractérisée par deux paramètres :

- ⇒ Un coefficient de diffusion D indépendant du temps et de l'espace, ainsi que de la concentration en molécules d'eau, puisque nous nous plaçons dans le cas de phénomènes physiques réversibles.
- ⇒ Un seuil d'absorption d'eau asymptotique  $M_s$  atteint pour un temps infini correspondant à l'équilibre et caractérisé par la valeur correspondante du gain de masse généralement exprimé en pourcentage.

Un problème de diffusion est donné par la géométrie du milieu et un ensemble de conditions aux limites. La géométrie la plus utile dans la suite de cette étude est celle d'une plaque mince [13].

➤ Diffusion dans une plaque mince

Si on considère une plaque mince d'épaisseur  $2h$ , au sein de laquelle diffuse le solvant, initialement à la concentration  $C_0$ , et dont les surfaces sont gardées à la concentration uniforme  $C_1$ , alors l'évolution spatiale et temporelle de la concentration de solvant est donnée par :

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

Où :  $D$  : coefficient de diffusion

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

$t$  : durée de vieillissement

$h$  : épaisseur de la plaque

La masse totale d'eau  $M_t$  dans le matériau à un instant  $t$  est obtenue par intégration de la variable  $C$  sur l'épaisseur du matériau, et sur une aire  $A$  soumise au flux :

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

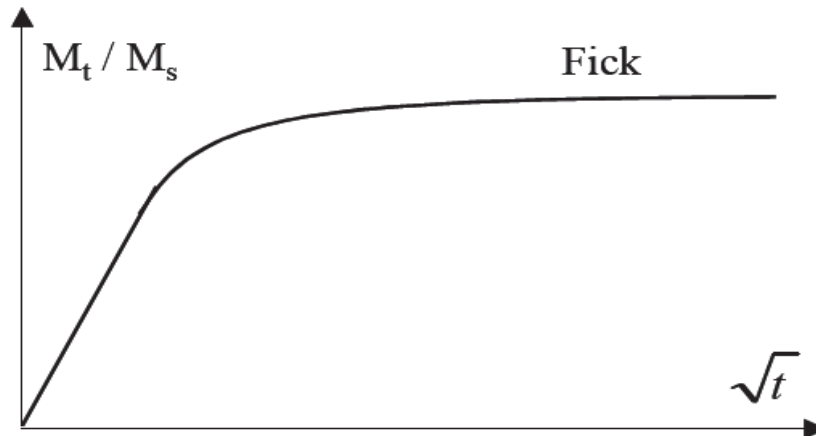
Si l'on note  $M_s$  la masse d'eau absorbée après un temps infini, l'équation (III.6) s'écrit alors :

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

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

Une représentation schématique de la courbe  $\frac{M_t}{M_s} = f(\sqrt{t})$  est donnée (figure 3.6)

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



**Figure 3.6 :** Courbe de diffusion de type Fick

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

⇒ Lorsque  $M_t/M_s < 0.5$  (temps courts), l'équation (III.8) devient approximativement

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

⇒ Lorsque  $M_t/M_s > 0.6$  (temps longs), l'équation (III.8) devient approximativement

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

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

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \exp\left(1 - 7.3\left(\frac{D \cdot t}{h^2}\right)^{0.75}\right) \quad (\text{III.11})$$

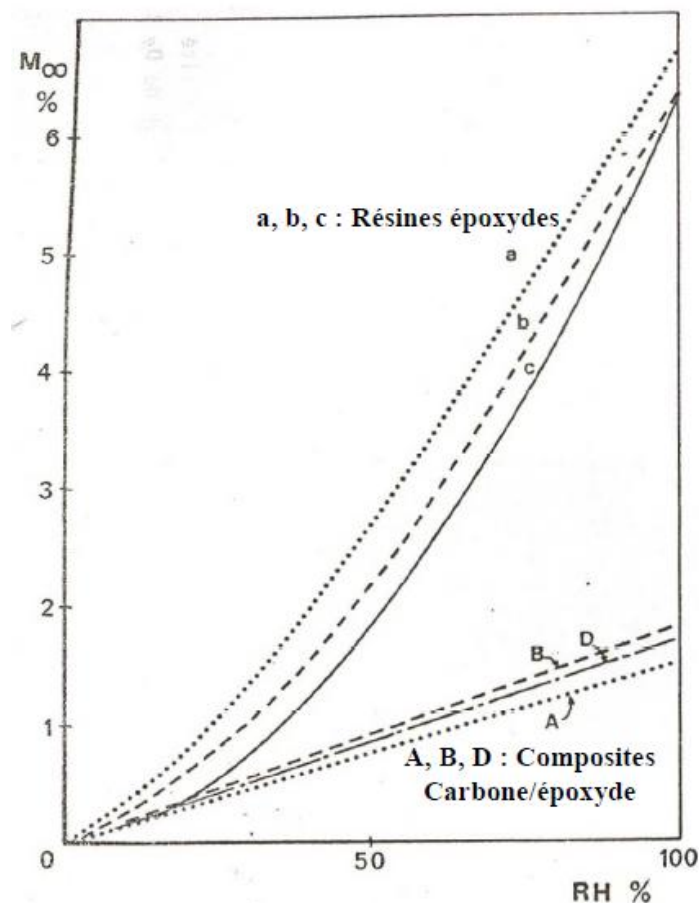
### III.6.2 Influence du taux d'humidité relative

Dans le cas où le matériau présente un niveau de saturation en eau  $M_s$ , on trouve en général une dépendance directe de  $M_s$  en fonction du degré d'humidité du milieu (HR%). La figure 3.7 illustre les variations de  $M_s$  en fonction de HR% pour trois matériaux composites différents et trois résines [13]. Ces courbes sont décrites par la relation :

$$M_s = a \cdot (HR\%)^b \quad (\text{III.12})$$

Où : a et b sont des constantes.

Pour les matériaux composites, b est proche de 1, et il est compris entre 1.3 et 1.8 pour les résines [13].



**Figure 3.7 :** Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites carbone/époxyde et résines époxydes en fonction du degré d'humidité HR% [13].

On trouve également que le degré d'humidité n'a pas d'influence sur la valeur du coefficient de diffusion, c'est à dire sur la vitesse de diffusion de l'eau. On ne considérera donc que D est indépendant de la concentration d'eau et reste constant pour une température donnée.

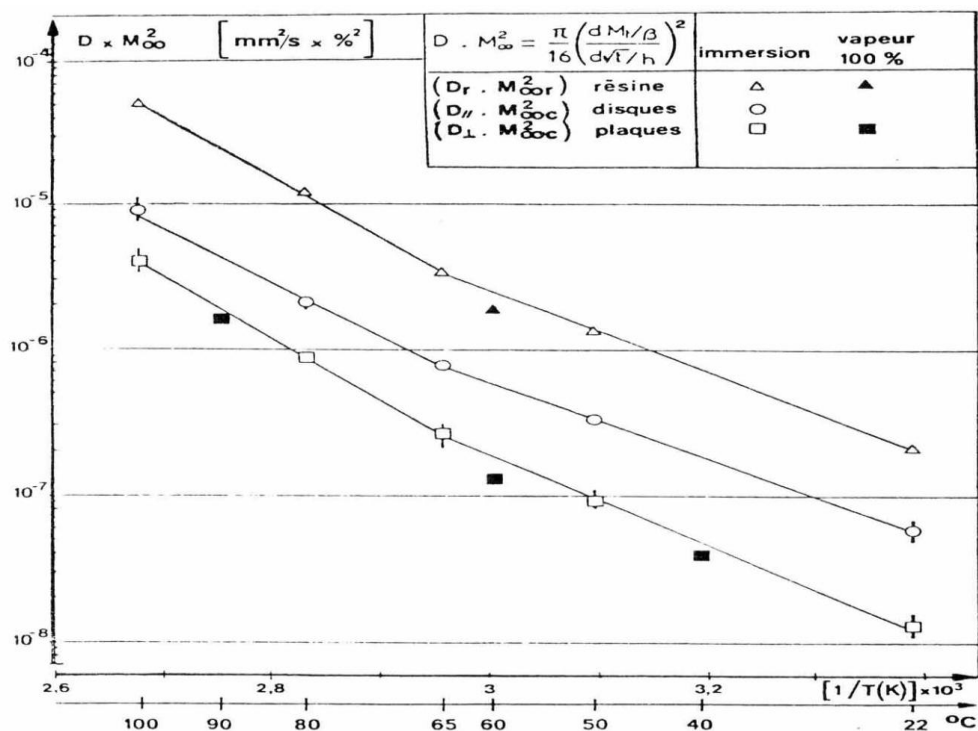
### III.6.3 Influence de la température

Tous les auteurs confirment l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption. D'une part, la pente initiale des courbes d'absorption augmente avec la température. Ainsi, le coefficient de diffusion d'eau D est extrêmement sensible à la température ; il peut augmenter de deux ordres de grandeur pour une augmentation de température de 100°C [13].

Une valeur typique de D à température ambiante est de l'ordre de  $10^{-7}$  mm<sup>2</sup>/s pour une résine époxy. Un exemple de variation de D en fonction de la température est donnée figure 3.8, pour le cas d'une résine époxy vieillie en immersion ou en humidité relative a différentes températures. L'absorption est thermiquement activée et on a une relation d'Arrhenius permettant de décrire la dépendance de D avec T (équation III.13) :

$$D = D_0 \cdot \text{Exp} \left( - \frac{E_a}{RT} \right) \quad (\text{III.13})$$

- Où :
- $E_a$  : énergie d'activation de la diffusion
  - $D_0$  : Constante (indice de perméabilité)
  - T : température d'essai
  - R : constante des gaz



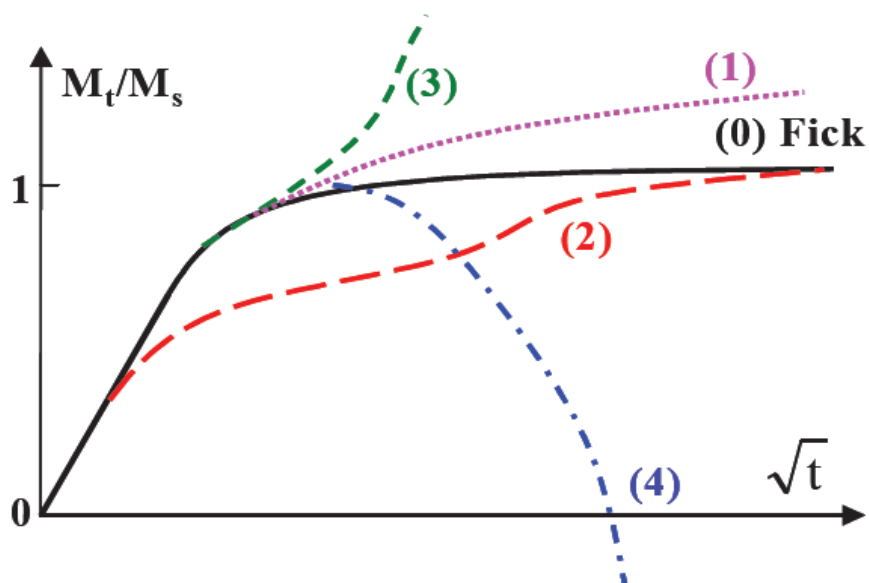
**Figure 3.8 :** Lois d'Arrhenius des coefficients de diffusion de résine époxy vieillie en immersion ou en milieu humide à différentes températures (échantillons d'épaisseur 2mm) [13].

D'autre part, la dépendance du niveau de saturation  $M_s$  avec la température, est beaucoup moins claire. Certains auteurs trouvent un niveau semblable pour différentes températures, alors que d'autres obtiennent un niveau qui augmente avec la température. Par exemple, Shen et Springer constatent qu'en immersion et en humidité relative, la masse à saturation n'est pas fonction de la température de l'eau ou de l'air humide, ce qui n'est pas conforme aux résultats trouvés par N. Dubois. On considère donc que  $M_s$  dépendant essentiellement du degré d'humidité du milieu ambiant et dans une moindre mesure de la température et éventuellement de sollicitations mécaniques appliquées.

D'autre part, une température élevée va favoriser les phénomènes de reprise d'eau brutale et éventuellement de perte de matière. Il est cependant difficile de donner une température critique à partir de laquelle sont observés ces phénomènes. Cela dépend en particulier de la nature du matériau testé [13].

### III.6.4 Diffusion non fickienne

Dans de nombreuses circonstances, les cinétiques d'absorption d'eau de polymères ou composites à matrice polymère présentent des écarts par rapport au comportement fickien, évoqué dans les paragraphes précédents. Les courbes schématiques données sur la figure 3.9 sont représentatives des différents cas rencontrés dans la littérature [13].



**Figure 3.9 :** Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non fickéene [13].

La courbe (0) correspond au comportement fickien. La courbe (1), qui est caractérisée par une augmentation continue de la prise de poids, correspond au cas « pseudo-fickien » couramment rencontré. L'équilibre n'est jamais atteint. La courbe (2) représente une cinétique de type Langmuir. Le cas (3) correspond à une accélération rapide de l'absorption d'eau, qui est généralement accompagnée de déformations importantes, d'endommagements au sein du matériau. Enfin le cas (4) présente une perte de poids du matériau, après une certaine durée de vieillissement. On peut attribuer ce cas de figure à des dégradations physiques ou chimiques, à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymères et être évacués dans le solvant, ce qui explique la perte de matière et la baisse de la masse globale, malgré l'absorption d'eau. Le détail des mécanismes mis en jeu dans les différents cas est détaillé dans le paragraphe III.5.

En raison de la grande variété de structures moléculaires des polymères, et de la diversité des structures CMO, il est difficile de suggérer des causes spécifiques pour les

différents cas évoqués ci-dessus. Cependant, la synthèse des données de la littérature suggère que les cas (0) et (2), où le matériau parvient à une saturation en eau vis à vis du milieu environnant, se produisent généralement pour des conditions peu sévères : vieillissement en humidité relative ou en immersion à faible température. Les cas (3) et (4) correspondent eux plus fréquemment à des processus d'absorption dans des conditions plus sévères, en immersion, à des températures élevées (généralement au dessus de 70°C) et parfois sous des contraintes externes élevées [13].

### III.7 Méthodologie d'étude (protocole, éprouvette, exposition)

L'étude du comportement au vieillissement des matériaux nécessite de disposer d'éprouvettes représentatives du CMO à caractériser (matière, mise en œuvre...), et de moyens d'exposition fiables, correctement réglés et robustes. Le coût des essais est un compromis entre le choix des paramètres de vieillissement susceptibles d'agir sur le comportement du CMO, le nombre d'éprouvettes à tester, la complexité de ces éprouvettes à fabriquer et la durée des expositions à réaliser pour aboutir à des modèles de prévision valides.

Le choix des essais est également très important, un essai ne devant être réalisé que dans la mesure où il n'est pas couvert par un autre similaire et plus contraignant. De même, le choix d'un essai combiné, de mise en œuvre plus difficile mais plus représentatif de l'environnement réel, et susceptible de mettre en évidence plus rapidement des défauts du matériau, sera dans certains cas à privilégier ; cet essai combiné, par rapport à l'essai unitaire, peut conduire rapidement et économiquement à l'identification du comportement [9].

#### III.7.1 Eprouvettes d'essai

La fabrication des échantillons doit se faire d'une manière soigneuse pour ne pas provoquer l'amorce de fissure en cours d'essai, la découpe doit se faire à l'état vierge. La mise en forme à l'état vieilli peut s'avérer délicate.

Le nombre d'échantillons est un compromis entre le nombre d'essai à effectuer et le coût que de la réalisation et de l'essai, Les intervalles de mesure seront fixés suivant la durée totale de l'exposition, trois mesures au minimum sont requises pour établir une évolution, il est nécessaire de disposer d'au moins une dizaine de prélèvements, chaque prélèvement étant en lui même le résultat de plusieurs mesures pour arriver à établir une étude statistique [9].

### III.7.1.1 Composites à matrice organique représentatifs

Les techniques et moyens de mise en œuvre ont une grande incidence sur les caractéristiques et le comportement obtenu. En fonction du cycle de mise en œuvre appliqué, une même matrice renforcée de la même façon peut avoir une température de transition vitreuse, un taux de fibres local, un taux de porosités, des caractéristiques mécaniques qui diffèrent.

Les éprouvettes d'essai qui servent à caractériser le comportement doivent être aussi représentatives que possible des pièces en service. Il convient, avant d'effectuer tout vieillissement de caractériser le matériau sur l'ensemble de ces points.

### III.7.1.2 Conditionnement des éprouvettes

#### ➤ Conditionnement en température

Le conditionnement en température se fait en utilisant des étuves, le gradient de température ne doit pas être important (inférieurs à 2 °C/min), sauf si c'est un paramètre à étudier. Dans le cas de l'étude du comportement thermique, les éprouvettes doivent être séchées avant d'être mises en vieillissement, ceci de manière à être comparatif d'un essai à un autre, (Diffusion trop lente vers l'extérieur de l'éprouvette) de nouveaux phénomènes de vieillissement non représentatifs peuvent être mêlés à l'expérience.

#### ➤ Conditionnement en humidité

Dans ce cas d'étude, on considère deux points, à savoir, la concentration d'eau à l'équilibre et la cinétique de diffusion dans le CMO.

Pour un conditionnement en humidité, les éprouvettes de vieillissement sont exposées à l'humidité relative spécifiée et à la température déterminée en fonction de l'utilisation. Après sortie de l'enceinte de vieillissement, les éprouvettes doivent être essuyées pour enlever la condensation, puis mises à refroidir dans un récipient étanche (dessiccateur) jusqu'à la température ambiante. Elles doivent ensuite être immédiatement pesées puis replacées en enceinte de vieillissement si l'exposition doit se poursuivre ou testées à l'état humide si les caractéristiques dans cet état sont recherchées. L'état d'équilibre est atteint lorsque le matériau exposé à une humidité spécifiée atteint une masse constante (écart entre deux pesées faible).

### III.7.1.3 Essais mécaniques

Les essais les plus couramment réalisés et les moins coûteux en fabrication d'éprouvettes compte tenu du nombre d'échantillons nécessaires à tester sont des essais de traction ou de compression et flexion.

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes « neuves » puis sur des éprouvettes vieilles de manière à déterminer les propriétés résiduelles ainsi que les abattements en fonction du temps d'exposition. Les éprouvettes sont équipées de jauges d'extensométrie collées et adaptées au matériau (allongement à rupture) et à la température d'essai, de manière à permettre l'accès aux paramètres « vrai » de contrainte et de déformation. Pour les essais en température, un four permettant de stabiliser l'éprouvette en température avant et pendant l'essai sera positionné autour de l'éprouvette. Il convient de veiller à ce que le conditionnement de l'éprouvette n'influence pas le vieillissement, ou alors celui-ci doit être pris en compte (cela est particulièrement vrai pour un conditionnement à des températures élevées).

### III.7.2 Moyens d'exposition

Quelque soient les moyens déployés, il est impossible de reproduire le vieillissement naturel. Le recours au vieillissement accéléré est nécessaire.

En général, cela consiste à soumettre les échantillons à des conditions de température et d'humidité représentatives et contrôlées, les deux conditions pouvant être regroupées ensemble, à cela, nous pouvons additionner les sollicitations mécaniques tout en restant le plus près possibles des contraintes rencontrées en service.

Le choix des températures et des conditions hygrométriques se fait selon les conditions rencontrées en service et leur fréquence d'occurrence. Un plan d'expérience combinant les divers paramètres d'exposition et les essais de suivi du vieillissement à réaliser est mis en place de manière à optimiser et éviter de dupliquer les essais, surtout les plus longs à réaliser.

Pour la réalisation des expositions, il est nécessaire de disposer de supports pour exposer de manière homogène les éprouvettes dans les enceintes de vieillissement, en veillant à ne pas privilégier une face par rapport à une autre. Les échantillons doivent être exposés sur des supports inertes.

➤ Enceintes climatiques et fours. Essais en température et humidité

- Essais en immersion à température constante

La composition du solvant (eau ou autre) doit être régulièrement contrôlée et renouvelée périodiquement pour ne pas influencer les conditions de vieillissement par les produits extraits. Dans certains cas, le comportement sous contraintes mécaniques doit être étudié, sachant que des phénomènes de plastification vont apparaître et accélérer les dégradations.

- Essais en étuve à température et humidité constante contrôlée

Des enceintes réglées en température et en humidité permettent de contrôler parfaitement et précisément les conditions pour obtenir des essais « contrôlés » et reproductibles. Typiquement, la précision en température doit être de  $\pm 1$  °C et la plage d'humidité comprise entre 5 et 95 % d'humidité relative (HR) avec une précision de  $\pm 3$  %. Pour des essais à haute température (fours), il faut s'assurer de l'homogénéité de la température dans la totalité du volume de l'enceinte.

- Essais en étuve et cyclage en température et humidité

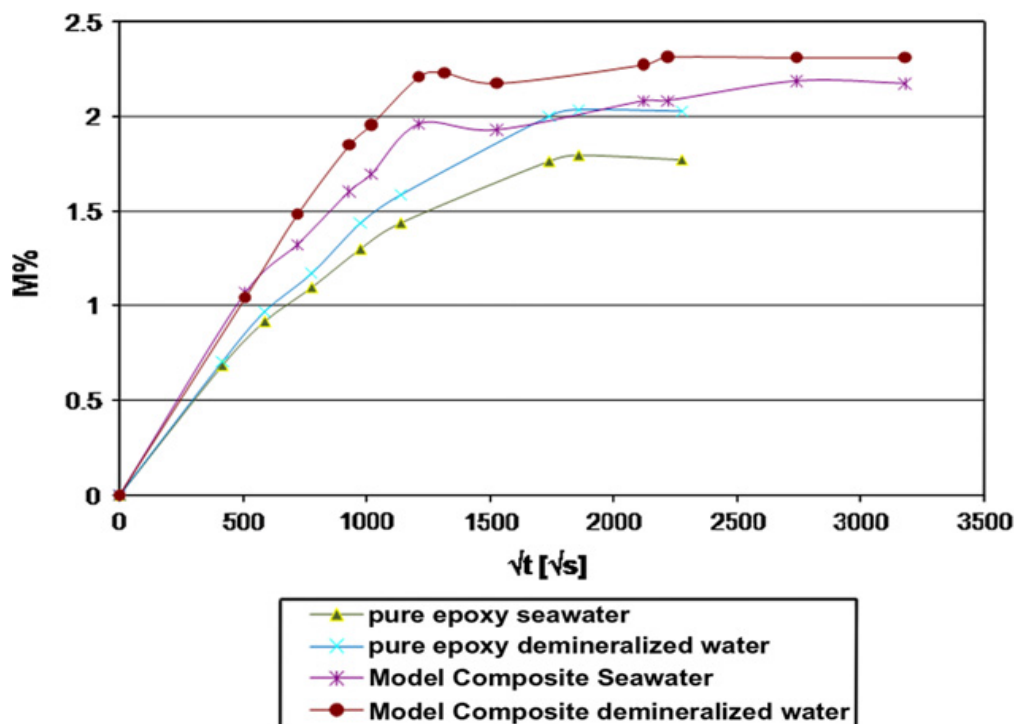
Les cycles sont réalisés entre deux paliers avec ou sans variation de l'humidité, ils permettent de mettre en évidence les défauts dues à la condensation et à l'évaporation, ils induisent un cyclage mécanique aux interfaces qui sont néfastes pour le CMO.

➤ Exposition à l'humidité

Les expositions sont réalisées en immersion dans une enceinte réglée en température et en humidité.

L'exposition peut être réalisée avec ou sans chargement mécanique, la dépendance du phénomène de diffusion avec la contrainte mécanique est connue depuis longtemps. Elle s'explique par le fait qu'un état de contrainte en traction, en provoquant un accroissement de volume libre, augmente à la fois le coefficient de diffusion et le taux d'humidité à l'équilibre. Zafar et al. [20] ont étudié l'effet de l'humidité à long terme sur un stratifié fibre de carbone / résine époxy et sur la résine seule immergés en eau de mer et en eau déminéralisée, il a été

observé que les deux types d'échantillons que ce soit en eau de mer ou en eau déminéralisée suivent un comportement Fickien, les courbes du gain d'humidité en (%) en fonction du temps ( $\sqrt{t}$ ) ont été tracées sont représentées (figure 3.10).

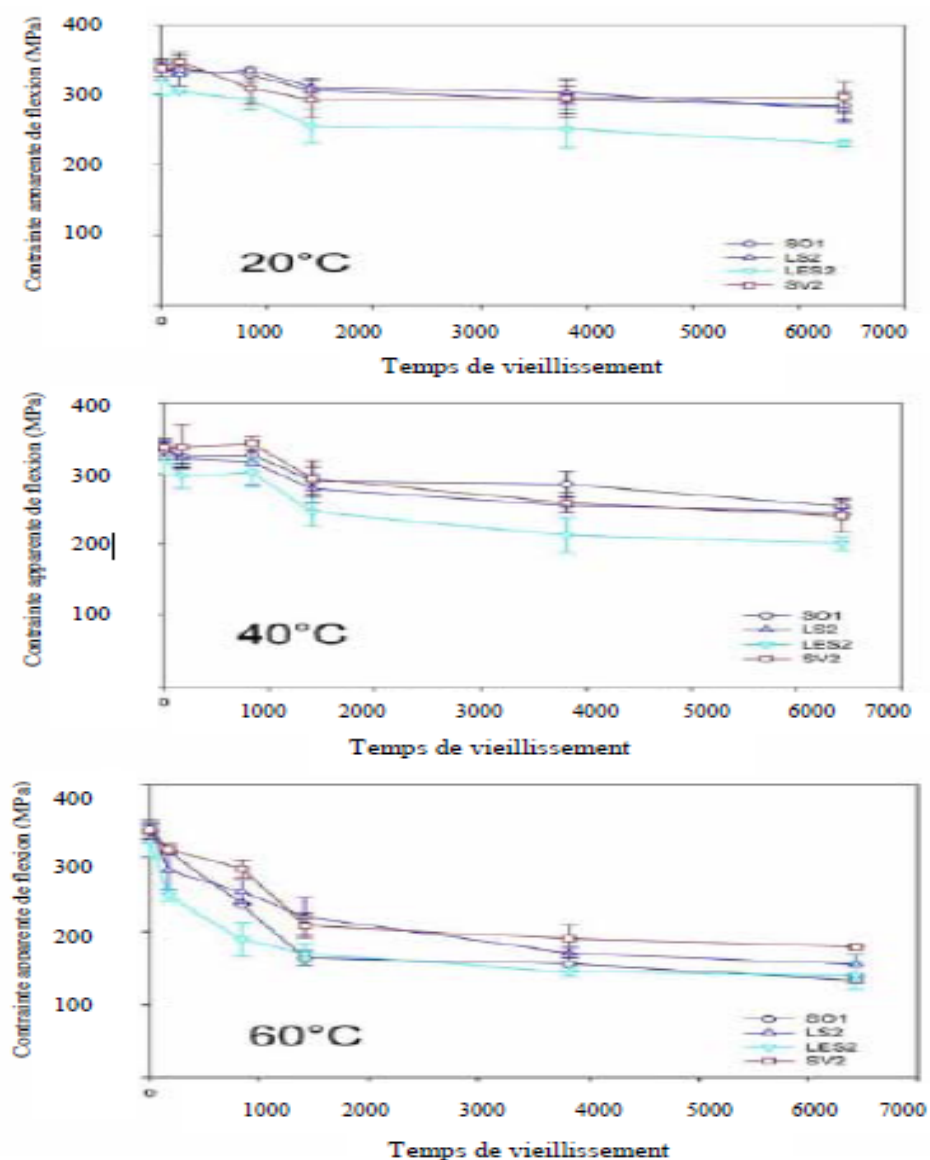


**Figure 3.10** : Courbes représentatives de la diffusion moléculaire de la résine époxy pure et du composite carbone /époxy en immergés en eau de mer et eu déminéralisée [20].

## III.8 Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques

### III.8.1 Evolution des propriétés en flexion

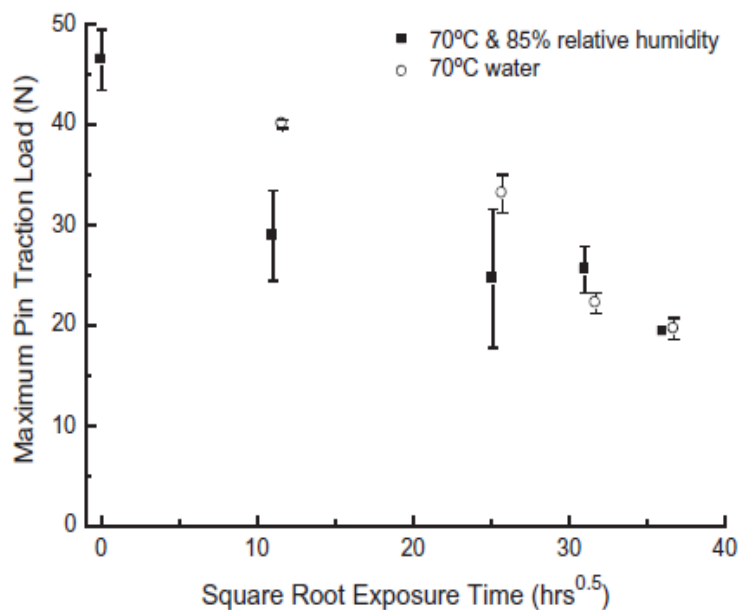
Les variations des propriétés de flexion suite à un vieillissement en milieu marin ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Perrot [14] a effectué des essais de flexion 3 points sur quatre types de résines renforcées. Après 9 mois de vieillissement en eau de mer à trois températures différentes 20°C, 40°C et 60°C. Il a observé une baisse de contrainte apparente de rupture pour les échantillons vieillis à 20°C : 12% à 22% selon le type de résine. A 40°C, la baisse est comprise entre 24% et 29% et elle se situe entre 47% et 60% pour 60°C. Pour les trois températures (figure 3.11), il a constaté que l'essentiel de la chute de la contrainte de rupture se produit durant les deux premiers mois de vieillissement.



**Figure 3.11 :** Evolution de la contrainte apparente de rupture en flexion des stratifiés en fonction de la température d'immersion pour les résines S01 : Polyester orthophalique standard, LS2 et LES2 : Polyester à faible teneur en styrène, SV2 : Résine vinylester [14].

### III.8.2 Evolution des propriétés en traction

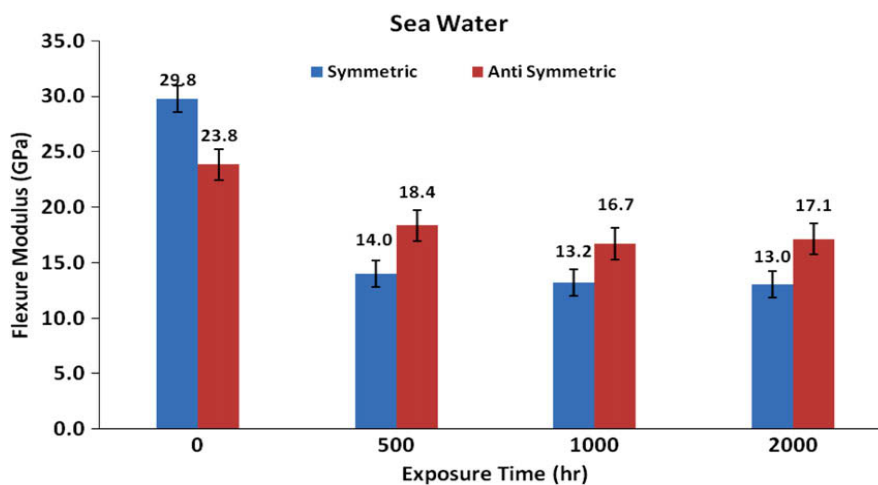
Le vieillissement a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques des C.M.O, l'essai de traction est souvent utilisé pour jauger l'évolution de ces propriétés de l'état vierge à l'état vieilli. A.P. Mouritz [21] a étudié la longévité en environnementale du stratifié carbone /époxy exposé à l'eau, des échantillons exposés à une humidité relative de 85% à 70°C et d'autres immergés en eau à 70°C, il en résulte que la charge pouvant être supportée en traction observe une diminution importante après un certain temps d'exposition (Figure 3.12)



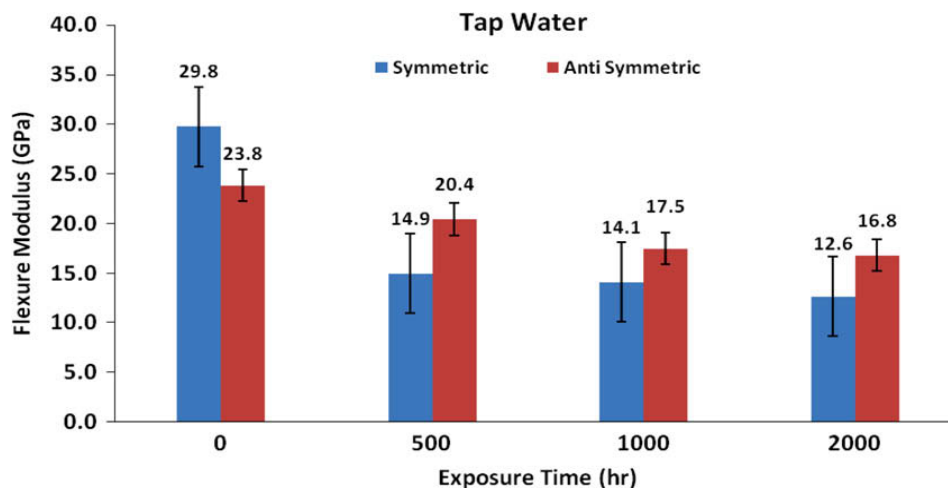
**Figure 3.12 :** Charge maximale de traction supportée en fonction du temps d'exposition [21].

### III.8.3 Vieillessement par absorption du solvant en fonction de la stratification

Aldajah et al. [22] ont étudié l'effet de l'eau de mer et celle du robinet sur des stratifiés fibre de verre/matrice polymère symétriques et asymétriques. Une différence importante a été constatée, la rigidité à la flexion a été jaugée à 0, 500, 1000 et 2000 heures d'exposition dans les deux environnements. Au bout de 2000 heures d'exposition, la diminution de la rigidité à la flexion est de l'ordre de 60% pour les stratifiés symétriques, elle n'est par contre que de 28 % et 29 % pour les asymétriques.



**Figure 3.13 :** Evolution du module de flexion en fonction du temps d'exposition des échantillons en eau de mer [22].



**Figure 3.14 :** Evolution du module de flexion en fonction du temps d'exposition des échantillons en eau du robinet [22].

### III.8.4 Evolution des propriétés après séchage

Lebel [15] a rapporté que le séchage des composites vieillis par immersion peut engendrer la récupération en partie de certaines caractéristiques. L'auteur, en effectuant un séchage de 1500 heures à 65°C de composites verre/ polyester recouverts de gelcoat vieillis en immersion dans de l'eau douce à 65°C pendant 1500 heures, a constaté que les composites ont pu retrouver une bonne partie de la résistance de l'interface fibre-matrice et une partie des propriétés en flexion. De plus, il a enregistré une augmentation de température de transition vitreuse ( $T_g$ ).

### III.9 Conclusion

Au vu de la recherche bibliographique précédente, on constate tout l'intérêt et l'enjeu de l'étude sur le vieillissement des composites à matrice organique, ces derniers étant de plus en plus utilisés dans l'industrie moderne. C'est pourquoi, nous avons choisis d'étudier le vieillissement de deux matériaux composites à savoir, fibre de carbone/époxy et fibre de verre E/vinylester et l'effet de ce dernier sur leurs propriétés mécaniques.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and horizontal strips at the top and bottom. The scroll is outlined in black, and the top and bottom edges are rounded. At the top-left and top-right corners, there are circular elements representing the scroll's binding, with a grey shaded area on the right side of each circle.

# Chapitre IV

*Partie expérimentale*

## IV.1 Introduction

Ce chapitre présente l'étude du vieillissement en milieux contrôlés et son effet sur les propriétés mécaniques en flexion trois points des matériaux composites de type carbone/époxy et verre E/vinylester avec chacun une stratification  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$ , ce qui nous permet d'obtenir quatre configurations d'éprouvettes

Dans une première étape, nous avons procédé à la découpe d'éprouvettes aux normes EN ISO 14125 à partir de plaques de  $100 \times 100 \times 2 \text{ mm}^3$  élaborées par le procédé d'infiltration au sac en autoclave au sein du CRTT (Centre de recherche et de transfert de technologie de Saint Nazaire).

Avant la découpe, les plaques ont subi un cyclage thermique pour minimiser les effets des contraintes résiduelles dues au procédé d'élaboration et l'humidité due au stockage.

Dans une deuxième étape, deux protocoles de vieillissement ont été lancés. Le premier en étuve à  $40^\circ\text{C}$  considéré comme un vieillissement accéléré et un second à la température du laboratoire considéré comme un vieillissement naturel.

Pour les deux protocoles, les éprouvettes sont immergées en nombre suffisant pour chaque configuration dans des bacs contenant soit de l'eau de mer naturelle ou de l'eau déminéralisée.

A l'issue des protocoles de vieillissement et des mesures de prise de masse, les courbes représentatives des cinétiques d'absorption sont tracées.

La troisième étape a permis la réalisation d'essais de flexion trois points aussi bien sur les éprouvettes non vieilles que sur les éprouvettes vieilles selon deux protocoles et les deux milieux de vieillissement.

Une comparaison de l'effet du milieu de vieillissement et de la température sur la cinétique d'absorption et sur les propriétés mécaniques de chaque matériau et configuration est effectuée.

## IV.2 Présentation des matériaux

Pour cette étude, nous avons utilisé les quatre matériaux suivants :

- Fibre de verre E/vinylester  $[90_4/0_4]$
- Fibre de verre E/vinylester  $[45_4/0_4]$
- Fibre de carbone/époxy  $[90_4/0_4]$
- Fibre de carbone/époxy  $[45_4/0_4]$

### IV.2.1 Fibre de verre E

Ce renfort est fabriqué par la société HEXCEL Fabrics, c'est un tissu disposé en chaîne et trame de type (EC9 68) X3, avec une masse nominale de 290 g/m<sup>2</sup> et une armure sergé 2/2. Le renfort n'a subi aucun poudrage mais un traitement final TF970, avec une largeur standard de 800 à 1240 mm. La répartition en masse est la même pour les chaînes et les trames, elle est de l'ordre de 50 % pour chacun et l'épaisseur théorique d'un pli polymérisé avec un taux volumique de fibres de 50 % est de 0.23 mm [39].

### IV.2.2 Résine vinylester

C'est une résine vinylester fabriquée par DERAKANE MOMENTUM, elle est de type bisphénol A, la référence complète de la résine est la suivante : 'DERAKANE MOMENTUM™ 411-350 Epoxy Vinyl Ester Resin'. Elle offre une résistance à une grande variété d'acides, les alcalis, les agents de blanchiment, et aux composés organiques. Les résines MOMENTUM Derakane sont une nouvelle génération de résines qui peuvent être utilisées pour améliorer l'efficacité de la fabrication et de la qualité du produit. Leur couleur plus claire facilite l'observation et la correction des défauts tandis que la résine est en cours de réalisation. L'amélioration des propriétés de réactivité de la résine permet souvent une augmentation de l'épaisseur d'empilement par session. La durée de conservation plus longue offre une flexibilité supplémentaire aux fabricants dans le stockage et la manutention [40]. Les propriétés mécaniques sont présentées au tableau 4.1.

$\sigma_t$ (MPa)	$E_{\text{traction}}$ (GPa)	A(%)	$\sigma_f$ (MPa)	$E_{\text{flexion}}$ (GPa)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Tg (°C)
86	3.2	5 à 6	150	3.4	1.14	120

**Tableau 4.1 :** Propriétés mécaniques de la résine vinylester

### IV.2.3 Fibre de carbone

La notice du matériau n'ayant pas été fournie. Néanmoins, on sait que pour les applications marines, la fibre de carbone à hautes performances est plus utilisée que le haut module.

### IV.2.4 Résine époxy

C'est une matrice d'époxy à hautes performances fabriquée par HEXCEL, sa référence est 'HexPly® M21'. Conçue pour une utilisation dans les structures aérospatiales primaires, elle présente une excellente tolérance aux dommages, en particulier sur les impacts à haute énergie. Elle est développée comme un système d'écoulement contrôlé pour fonctionner dans des environnements jusqu'à 121 ° C [41], les caractéristiques principales sont présentées au tableau 4.2.

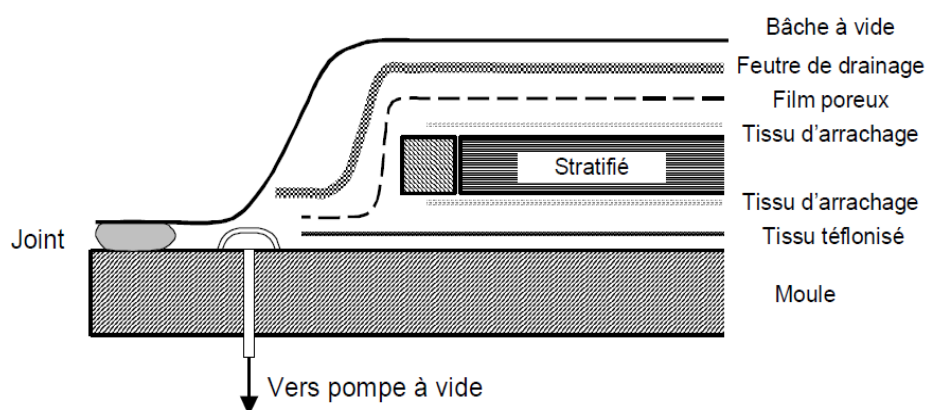
$\sigma_f$ (MPa)	$E_{\text{flexion}}$ (GPa)	A(%)	T <sub>f</sub> (°C)
147	3.5	5	121

**Tableau 4.2 :** Propriétés mécaniques de la résine époxy

### IV.3 Elaboration des plaques

#### IV.3.1 Procédé d'obtention : élaboration « classique » du stratifié

Le stratifié est élaboré par un procédé de moulage au sac en autoclave. Dans ce procédé dit «classique», l'empilement de «  $x$  » plis à polymériser est emballé dans un tissu d'arrachage perméable et placé sur un outillage métallique, un moule ou une plaque. Une feuille de tissu placée en dessous du composite protège le moule du contact direct avec la résine. Au-dessus, un film poreux (*Vac-pack* poreux) sépare le composite emballé du feutre de drainage. Ce dernier a pour fonction d'absorber l'excédent de résine dégagé par le composite au cours de sa mise en œuvre. L'ensemble est couvert par une bâche à vide (le « sac »), attachée au moule par un joint d'étanchéité entourant toute la pièce élaborée. Ceci permet d'aspirer l'air de l'intérieur du sac et de mettre le composite sous vide. La configuration complète réalisée pour le moulage au sac est représentée à la Figure 4. 1.



**Figure 4. 1** : Disposition du moulage en sac du stratifié en autoclave.

Le procédé de référence consiste en une cuisson du composite sous atmosphère d'azote au sein d'un autoclave piloté selon le cycle de température montré par la Figure 4.2. Pendant la phase de préchauffage, la pression à l'intérieur du sac est réduite à  $P_{int} = 0,1$  bar. Au cours de la première montée en température, la pression dans l'autoclave est augmentée à  $P_a = 7$  bars. En même temps, l'intensité du vide est diminuée :  $P_{int} = 0,9$  bar. Cette valeur est maintenue par la suite jusqu'à la fin du procédé. Le cycle de polymérisation appliqué prévoit deux paliers de température : un premier à une température de  $135^{\circ}\text{C}$  durant 1h et un deuxième à  $180^{\circ}\text{C}$  durant 2h. Le procédé de fabrication s'achève par un refroidissement contrôlé et le démoulage de la pièce élaborée [23]. Parmi les auteurs qui ont utilisé ce procédé

de fabrication, on retrouve A. El Mahi et al [37] pour l'élaboration de stratifiés verre/époxy et kevlar/époxy pour une sollicitation en flexion trois points.

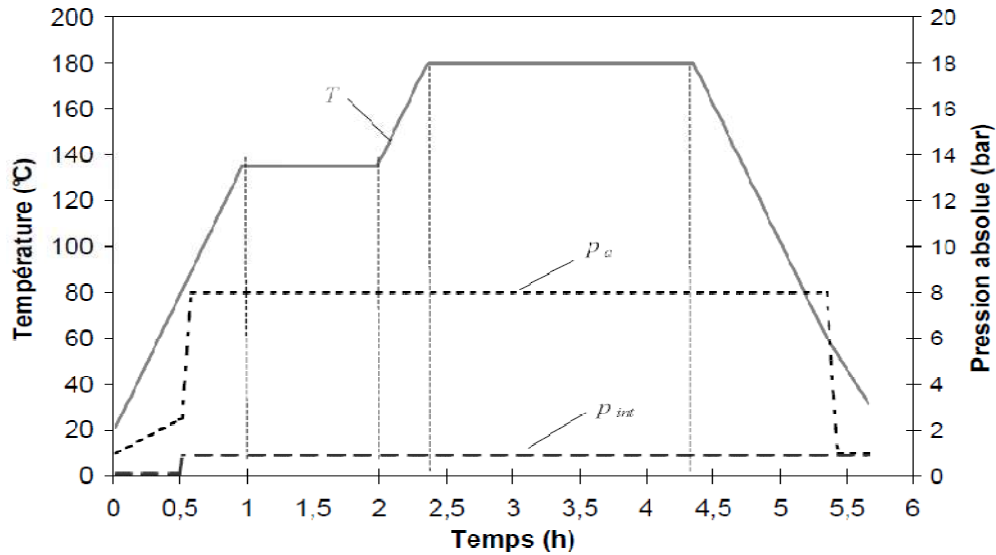


Figure 4. 2 : Cycle de polymérisation- paramètres de réglage de l'autoclave.

### IV.3.2 Architecture et désignation

L'étude implique deux matériaux et chaque matériau comporte deux architectures, ce qui nous permet d'obtenir quatre configurations, les stratifiés sont tous composés de huit couches. L'empilement que ce soit pour le carbone/époxy ou verre E/vinylester est :

- $[0_4/90_4]$
- $[0_4/45_4]$

Le stratifié  $[0_4/90_4]$  est représenté à la figure (4.3) :

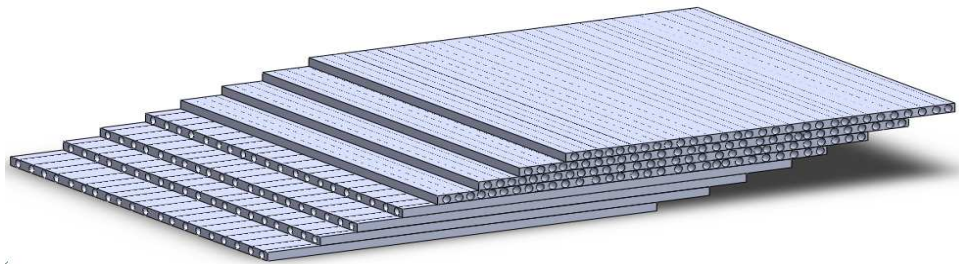
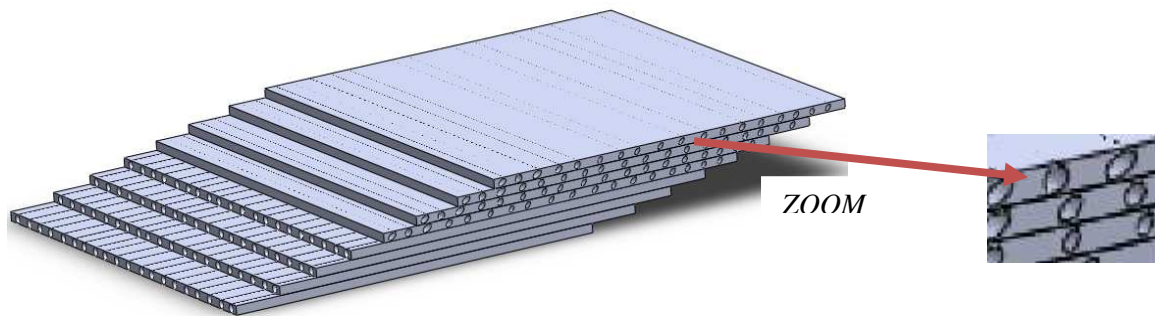


Figure 4.3: Stratifié  $[90_4/0_4]$

Le stratifié  $[0_4/45_4]$  est représenté à la figure (4.4) :



**Figure 4.4:** Stratifié  $[0_4/45_4]$

#### IV.4 Découpe et géométrie des éprouvettes

Pour obtenir les éprouvettes usuelles, nous avons utilisé une tronçonneuse d'établi réglable équipée d'un disque diamanté (figure 4.5) avec lubrification abondante (selon les dimensions largeur et longueur prédéfinie)



**Figure 4.5 :** Machine de découpe

Les éprouvettes obtenues sont de dimensions  $(95 \times 10 \times 2) \text{ mm}^3$  respectant ainsi la norme EN ISO 14125 qui donne les dimensions requises pour les éprouvettes renforcées sollicitées en flexion trois points. Ces essais sont largement utilisés dans les milieux industriels en raison de leur simplicité.

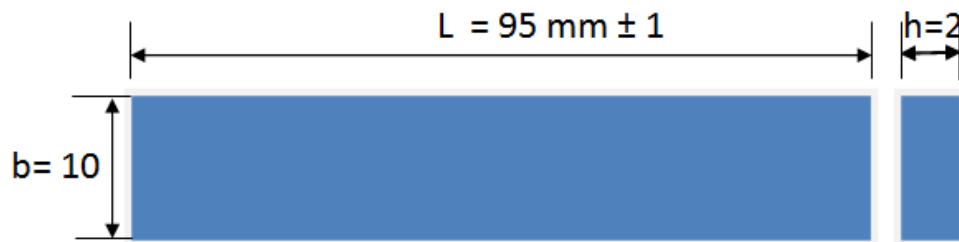


Figure 4.6 : Dimensions des éprouvettes obtenues par découpe

## IV.5 Protocole expérimental

### IV.5.1 Essais de perte au feu

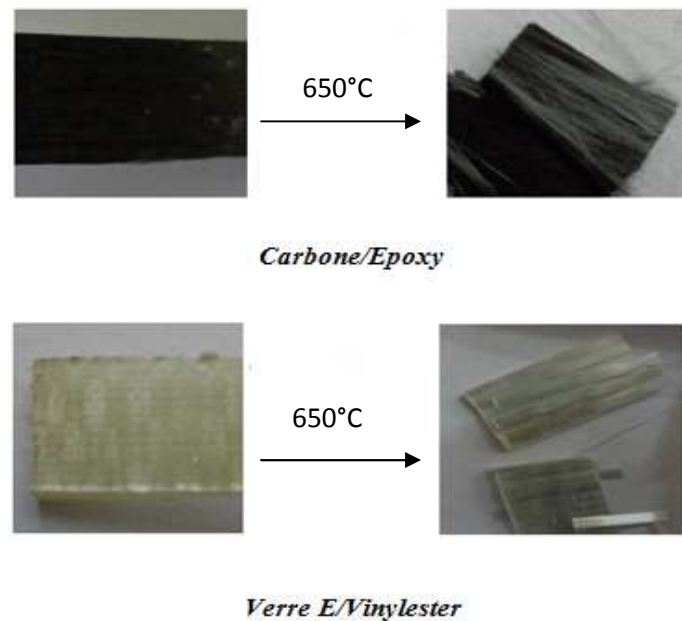
L'essai de perte au feu, appelé aussi méthode de calcination, est une méthode utilisée pour déterminer les teneurs massiques des constituants (résine, renfort) de notre matériau.

➤ Appareillage

- Balance **PIONNER** de précision  $10^{-4}$  g
- Four spécifique équipé d'un thermostat et d'une fente permettant l'évacuation des gaz de combustion et empêche l'entrée de l'air
- Creusets en céramique



Figure 4.7 : a) Creuset en céramique, b) Balance PIONNER



**Figure 4. 8 :** Résultats visuels de la perte au feu

➤ Méthode d'essai

On effectue dans un premier temps la pesée des creusets à vide, avant d'y injecter les échantillons qui font l'objet d'étude et de refaire la pesée, les creusets contenant les échantillons sont placés dans un four dans lequel la température peut atteindre 1100°C,

L'essai est réalisé à une température de 650 °C, température pour laquelle la résine devrait totalement se calciner. La calcination se fait sur une durée d'environ 90 minutes et seul le renfort subsiste à l'intérieur des creusets qui sont ensuite repesés à température ambiante. Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux 4.3, 4.4 et 4.5.

N° du creuset	1	2	3	4
Masse (g)	18.8615	14.7411	17.4144	17.4593

**Tableau 4.3 :** Masse des creusets à vide

N° du creuset	1 + C/E(0/90)	2+C/E(0/45)	3+V/V(0/90)	4+V/V(0/45)
Masse (g)	20.1092	15.9300	19.1067	19.1786

**Tableau 4.4 :** Masse après introduction des échantillons

N° du creuset	1 + C (0/90)	2+C (0/45)	3+V (0/90)	4+V (0/45)
Masse (g)	19.5041	15.3846	18.5242	18.5656

**Tableau 4.5 :** Masse après calcination

Ensuite, un calcul est effectué pour déterminer la fraction massique du renfort pour chaque type de matériau :

$$P_f = \frac{m_f}{m_c} \quad (IV.1)$$

$P_f$  : Fraction massique du renfort

$m_f$  : Masse des fibres (ayant subsisté après calcination)

$m_c$  : Masse du composite (échantillon soumis à la calcination)

Les résultats des fractions massiques obtenus sont les suivants : ( $P_f * 100$ )

- ✓ Carbone-Epoxy [0<sub>4</sub>/90<sub>4</sub>] => 51.1%
- ✓ Carbone-Epoxy [0<sub>4</sub>/45<sub>4</sub>] => 54.1%
- ✓ Verre E-Vinylester [0<sub>4</sub>/90<sub>4</sub>] => 65.6%
- ✓ Verre E-Vinylester [0<sub>4</sub>/45<sub>4</sub>] => 64.3%

## IV.5.2 Vieillessement par absorption du solvant

Les composites à matrice polymère sont des matériaux dont l'emploi industriel ne cesse de s'étendre. S'ils possèdent des très bonnes caractéristiques en début d'utilisation, ils sont en revanche très sensibles au cours du temps à l'environnement extérieur et notamment au vieillissement humide, qui atténue les propriétés du C.M.O en service.

### IV.5.2.1 Essais d'absorption en eau

Les essais ont été effectués au laboratoire Mécanique, Structures et Energétique (L.M.S.E) de l'université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou. Les masses initiales des échantillons ont été mesurées avant leur immersion dans de l'eau de mer et de l'eau déminéralisée. Deux protocoles ont été lancés à un mois d'intervalle. Le premier protocole

consiste à soumettre les échantillons immergés dans des bacs à une température de 40°C à l'intérieur d'une étuve, pour augmenter la vitesse d'absorption et aboutir au palier de saturation en un temps raisonnable. Pour le deuxième, les échantillons immergés sont laissés à la température du laboratoire pour les besoins de l'étude de l'effet de la température sur le processus de vieillissement.

Lors de chaque pesée, nous séchons les échantillons à l'aide d'un papier absorbant afin d'éliminer les gouttes d'eau restantes sur les surfaces extérieures des échantillons. Les pesées sont faites à intervalles réguliers.

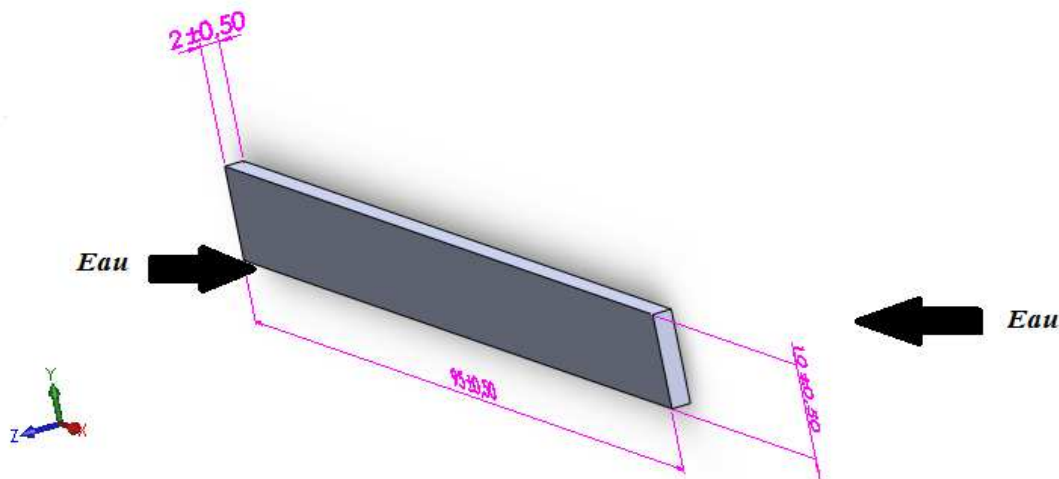
Le premier objectif est de connaître la façon dont notre matériau absorbe l'eau et à quelle vitesse il va atteindre un éventuel niveau de saturation. Expérimentalement, on mesure la prise de masse d'échantillons au cours du temps ; c'est ce qu'on appelle 'mesure gravimétrique'.

Nos choix de géométrie d'échantillons et de conditions de vieillissement ont donc été guidés par ces contraintes :

➤ Dimensions des échantillons (justification)

Pour toutes les conditions de vieillissement, nous avons utilisé des éprouvettes de dimensions  $95*10*2\text{mm}^3$ . Ces dimensions sont choisies pour plusieurs raisons :

- Limiter les effets de bord : il s'agit en effet de considérer dans un premier temps que la diffusion est unidirectionnelle (suivant la direction  $\vec{z}$  d'après le schéma de la figure 4.9) et que celle opérant suivant les deux autres directions est négligeable. Ces effets peuvent être négligés à condition que le rapport épaisseur  $e$  sur largeur  $l$  est faible, ce qui est vérifié dans notre cas. L'absorption est donc supposée unidirectionnelle.



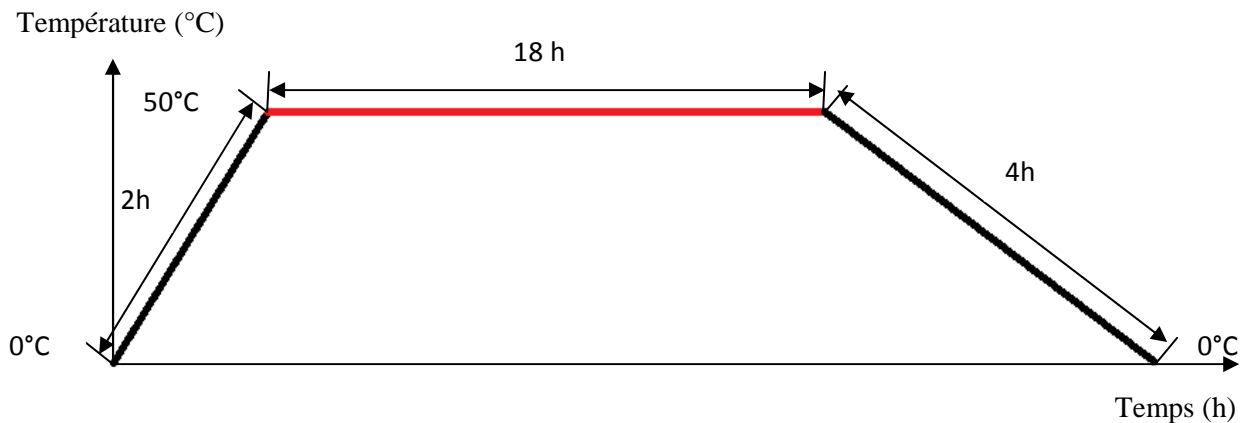
**Figure 4.9 :** Dimensions des échantillons utilisés pour les mesures d'absorption d'eau.

- Nous avons utilisé trois échantillons pour chaque condition afin d'avoir une moyenne pour chaque cinétique.
- Nous avons suivi l'absorption d'eau des différents empilements pour observer une éventuelle influence de l'orientation des renforts.

➤ Traitements thermiques complémentaires des plaques :

Chaque plaque à subir un cyclage thermique en trois étapes dans une étuve, le premier palier allant de 0°C jusqu'à 50°C pendant 2 heures, le deuxième palier consiste en un maintien de la température de 50°C pendant 18 heures, et enfin, un refroidissement jusqu'à la température initiale pendant 4 heures (figure 4. 10). Cela à été effectué dans le but d'obtenir une réticulation maximale du matériau et fixer la Tg à une valeur maximale, mais aussi pour se débarrasser des contraintes résiduelles dues au stockage.

Ainsi, une éventuelle évolution de la Tg au cours du vieillissement sera uniquement due à l'eau et pas à une post-réticulation due à la température.



**Figure 4. 10 :** Diagramme du cyclage thermique en étuve

➤ Conditions de vieillissement retenues

Le choix des températures a été dicté par la volonté de reproduire des conditions de vieillissement proches de celles rencontrées en utilisation réelle par les pièces en composite et retrouver les mêmes phénomènes physicochimiques, tout en accélérant la diffusion pour avoir des durées de mesure raisonnables.

- Choix de température

Nous avons choisi deux températures de vieillissement : 40°C et celle du laboratoire. Nous considérons une température supérieure à l'ambiante pour accélérer le phénomène mais pas trop élevée pour éviter des conditions trop sévères qui pourraient entraîner des dégradations irréversibles du matériau de type perte de matière. Ces phénomènes se produisent en général à partir de 70°C pour ces types de résines [13]. Cela permet également d'analyser l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption.

- Choix et conditions de vieillissement

Le vieillissement en immersion est en général plus sévère qu'en humidité relative. L'intérêt est donc ici de tester des conditions qui peuvent éventuellement provoquer la détérioration des matériaux, chose qui peut être déterminée par la caractérisation du matériau détérioré et sa comparaison avec un autre du même type mais à l'état vierge.

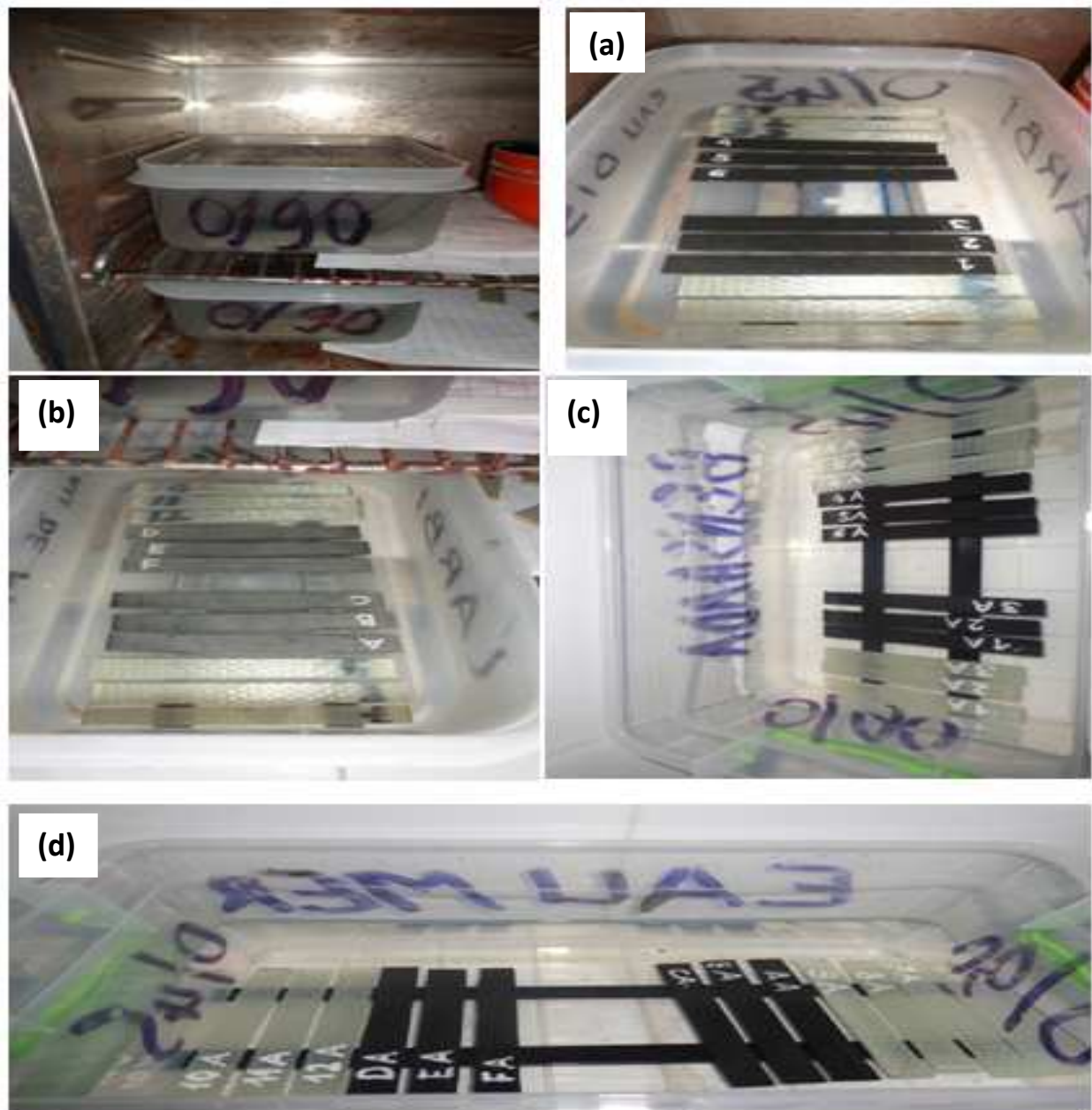
Nous avons ainsi fait vieillir des échantillons en immersion dans des bacs d'eau distillée et eau de mer à une température de 40 °C dans une étuve (figure 4.11). Cette

technique permet un bon contrôle des conditions expérimentales, avec une régulation de la température effectuée électriquement avec une précision de  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ .



**Figure 4.11 :** Photo de l'étuve

Un autre protocole a été lancé à un mois d'intervalle et semblable au premier, la seule différence étant la température d'exposition. Pour ce dernier, c'est la température du laboratoire, ce qui va nous donner une comparaison relative à l'effet de la température (Vitesse d'absorption, dégradation, ...)



**Figure 4.12** : Environnements d'exposition : a) Eau distillée à 40°C, b) Eau de mer à 40°C, c) Eau distillée à température ambiante, d) Eau de mer à température ambiante.

➤ Mesures effectuées

La détermination de la cinétique d'absorption d'eau consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons immergés dans l'eau en fonction du temps. On déduit par un simple calcul la teneur massique d'absorption (en %) par l'équation (IV.2). Dans le but de déterminer la cinétique d'absorption de nos matériaux.

$$W(\%) = \frac{M_t - M_0}{M_0} * 100 \quad (\text{IV.2})$$

Avec :

$W$  : Prise de masse (%)

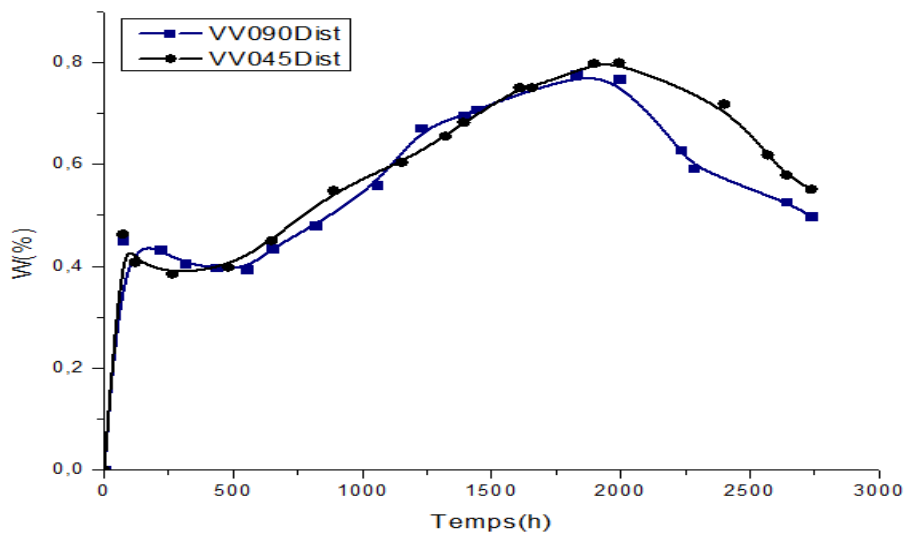
$M_t$  : Masse de l'échantillon à l'instant (t) de la pesée

$M_0$  : Masse initiale de l'échantillon

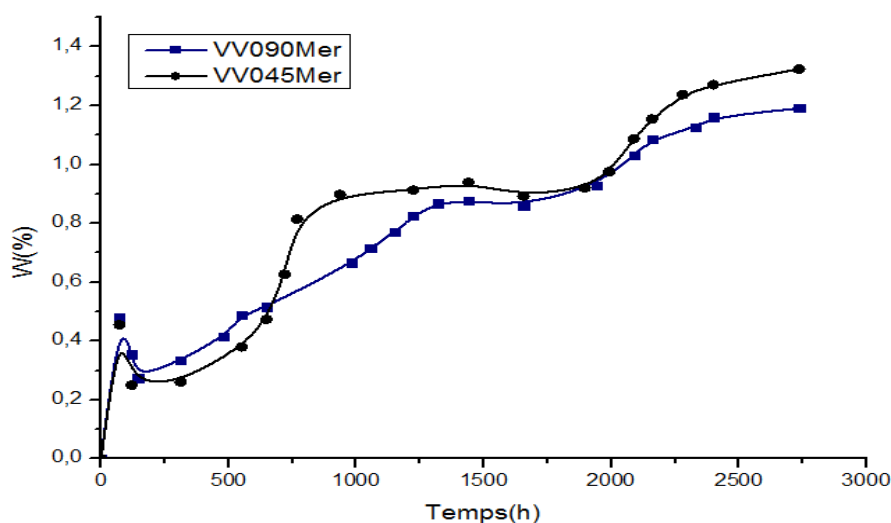
## IV.6 Résultats de la diffusion moléculaire

### IV.6.1 Exposition à 40°C

Les figures 4.13 et 4.14 présentent les cinétiques d'absorption en eau distillée et en eau de mer des deux configurations du composite verre E/vinylester à la température de 40°C



**Figure 4.13** : Courbes d'absorption d'eau distillée par le Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] à 40° C



**Figure 4. 14 :** Courbes d'absorption d'eau de mer par le Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] à 40° C

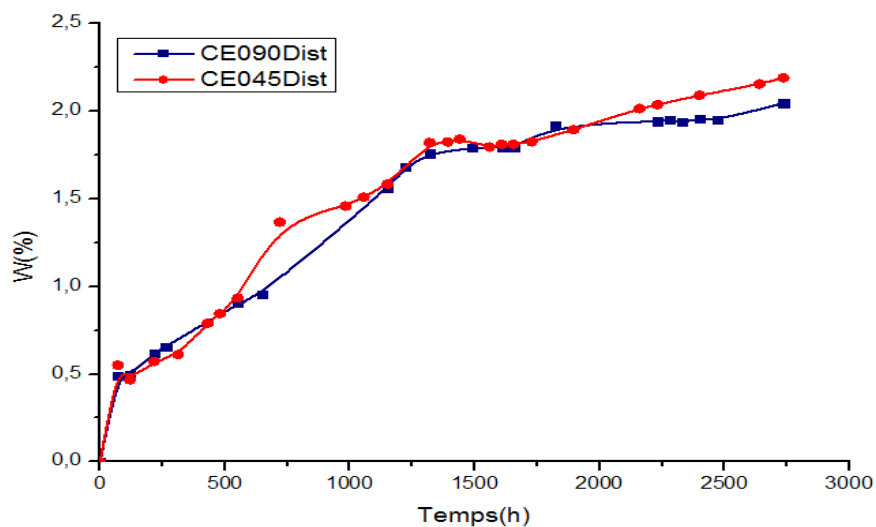
Les résultats de l'absorption du solvant du composite verre E/vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] sont illustrés ci-dessus. La figure 4.13 montre la cinétique d'absorption dans de l'eau distillée à une température de 40 °C. Le début est marqué par une évolution linéaire comme pour le reste des matériaux testés, donc, le début correspond à la cinétique Fickienne, ensuite on note une stabilisation dite « pseudo-palier » qui a été recensée par Popineau [25] qui a parlé d'un court palier de saturation, ce palier est atteint peu importe la température d'exposition, la seule différence, c'est la vitesse à laquelle il est atteint. Cette vitesse dépend de la température, plus la température est importante plus le palier est atteint rapidement, à noter que la reprise d'absorption est aussi dépendante de la température selon le même auteur, plus la température est élevée, plus le pseudo palier de saturation est de courte durée. D'ailleurs, une reprise d'absorption encore plus importante a été recensée avant qu'il y ait une perte de masse en continu, beaucoup d'auteurs ont cité des dommages physiques et chimiques irréversibles au sein du matériau composite (Kootsookos et al [17], G. Camino et al [26]).

B. Dewimille et A.R Bunsell [27] ont étudié le vieillissement accéléré d'un composite verre/polymère en eau distillée, et à des températures relativement élevées, même si l'absorption initiale est similaire à celle prévue pour la loi de Fick, il est noté que la saturation n'est généralement pas atteinte, une accélération de la reprise d'eau a été recensée et une réduction du poids des éprouvettes et cela fut justifié par la dégradation croissante de l'interface fibre/matrice, une fissuration de la matrice qui permet l'infiltration de l'eau, suivie par la lixiviation de la matrice qui cause la perte de poids, cela concorde tout à fait avec notre cas.

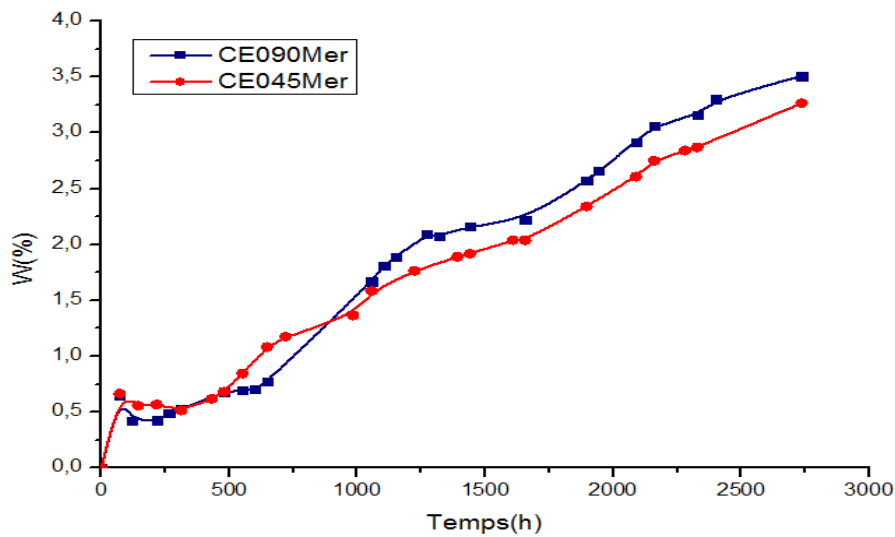
La figure 4.14 illustre la cinétique d'absorption de l'eau de mer pour les mêmes matériaux cités précédemment à la même température, un premier pseudo-palier de saturation qui est pratiquement similaire au cas de l'eau distillée est observé, suivi d'une reprise d'eau

quelque peu plus importante pour le  $[45_4/0_4]$ , malgré la légère différence dans les résultats des prises de masse, l'allure est la même ce qui fait que la cinétique de dégradation est la même pour les deux matériaux. Un deuxième pseudo-palier apparaît avant qu'il y ait reprise une nouvelle fois avant qu'un autre palier commence à se dessiner. Cela peut s'expliquer par l'endommagement de la matrice qui crée des microcavités qui se remplissent d'eau et engendrent des reprises d'eau comme cité précédemment. J.R.M D'Almeida [28] à, cependant justifié la dégradation d'une matrice organique en contact avec l'eau de mer par la présence de nombreuses espèces ioniques massives dans l'eau salée se liant à des groupes polaires ou des liaisons hydrogènes, étant donné la capacité d'une espèce chimique à pénétrer dans un polymère. D'après E.P Gellert et D.M Turley [29], ce qui retarde l'absorption au départ c'est l'effet barrière des fibres, il a mentionné que le début d'absorption est dominé par la matrice, passé un certain délai, le changement d'allure de la cinétique d'absorption peut-être éventuellement attribuée à l'interface fibre/matrice.

Les figures 4.15 et 4.16 présentent les cinétiques d'absorption en eau distillée et en eau de mer des deux configurations du composite carbone/époxy à la température de 40°C.



**Figure 4. 15 :** Courbes d'absorption d'eau distillée par le Carbone/Epoxy  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$  à 40° C



**Figure 4.16 :** Courbes d'absorption d'eau de mer par le Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] à 40° C

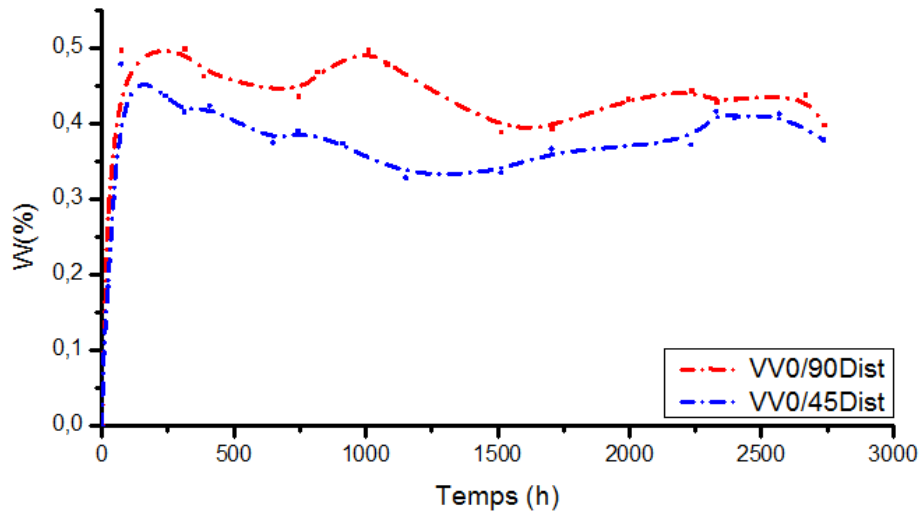
La figure 4.15 illustre les cinétiques d'absorption du carbone/époxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] superposées, on constate un comportement pratiquement identique entre les deux matériaux ce qui veut dire que la dégradation subie est la même, on note une absorption linéaire rapide au début, ce qui correspond au modèle Fickien, ensuite un ralentissement de l'absorption a été enregistré, néanmoins, les courbes gardent une certaine linéarité avant d'atteindre un pseudo-palier de saturation qui a été cité précédemment avant qu'un début de reprise soit recensé. On constate que le comportement de ces matériaux n'est Fickien qu'en partie.

X.J. Fan [30] a parlé de deux mécanismes d'absorption, le 1<sup>er</sup> étant dû à l'absorption des molécules d'eau dans les volumes libres ou nano-cavités et le 2<sup>ème</sup> consiste en la formation d'une liaison hydrogène avec la molécule d'eau et les chaînes polymères en raison de leur polarité moléculaire, à noter que l'auteur a eu affaire à la même cinétique d'absorption pour ses échantillons sous une température de 30°C. Pour A. Chateauminois et L. Vincent [31], dans le cas d'une matrice époxy, le comportement en absorption est en lien direct avec la dégradation de la matrice, ils ont ainsi réparti les mécanismes de dégradation en deux groupes, le 1<sup>er</sup> groupe est lié au processus de vieillissement qui concerne les interactions entre l'eau et la résine époxy, quant au 2<sup>ème</sup>, il implique des dommages microscopiques tels que les craquages des matériaux et le délaminage, ils ont insisté aussi sur le fait que les absorptions non Fickiennes augmentent avec la température d'immersion et que le comportement non Fickien est observé plus pour un composite que pour une résine seule.

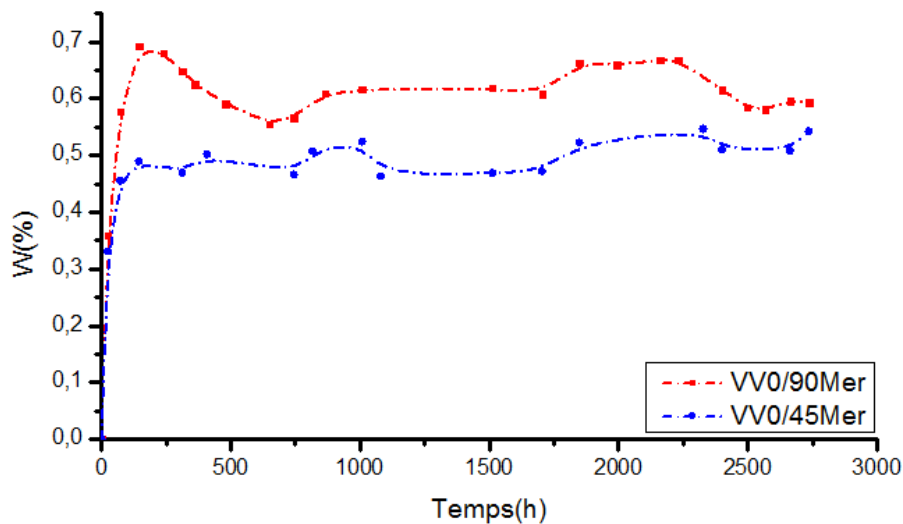
La figure 4.16 présente le comportement en absorption d'eau de mer des matériaux cités dans le paragraphe précédent sous la même température, la différence remarquable dans ce cas de figure relativement au précédent est l'absence d'un pseudo-palier de saturation à la fin de l'exercice, cela peut être attribué à la nocivité de l'eau de mer qui est plus importante que celle de l'eau distillée, la création de dommages en continu au niveau de la matrice peut

justifier cette reprise d'absorption quasi-constante. Encore une fois, après un début d'absorption qui respecte le modèle de Fick.

#### IV.6.2 Exposition à température ambiante



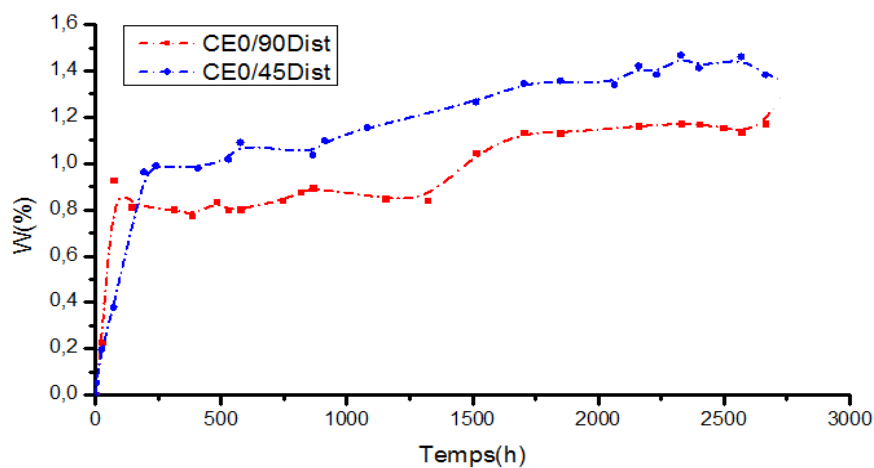
**Figure 4.17 :** Courbes d'absorption d'eau distillée par le Verre E/Vinylester  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$  à température ambiante.



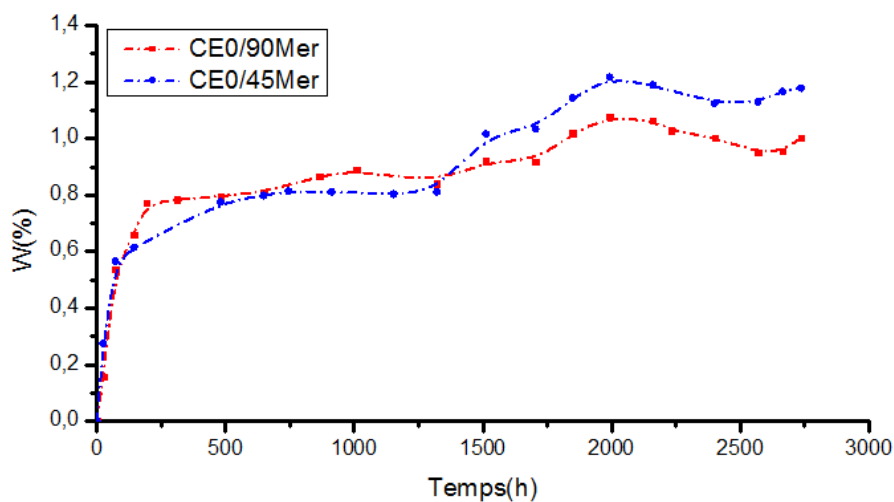
**Figure 4.18 :** Courbes d'absorption d'eau de mer par le Verre E/Vinylester  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$  à température ambiante.

La figure 4.17 met en évidence les cinétiques d'absorption du verre E/vinylester  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$  à température ambiante en eau distillée. L'absorption est linéaire au début du processus, s'en est suivi d'une pseudo-stabilisation de l'absorption avec des gains et des pertes de masse successives sans qu'il y ait pour autant une reprise ou chute de masse

importante. A noter un taux d'absorption légèrement plus important pour le  $[90_4/0_4]$  ce qui n'est pas le cas pour l'exposition à  $40^\circ\text{C}$ . On retrouve pratiquement la même chose pour l'exposition de ces mêmes matériaux en eau de mer (Figure 4.18), même si le taux d'absorption est différent, l'allure des courbes d'absorption est néanmoins la même, ce qui signifie que la cinétique de dégradation est la même pour ces matériaux, et le fait qu'il y ait absence de reprise ou de perte de masse renforce la théorie énoncée par Popineau [25] qui stipule que l'absorption d'eau est un processus thermiquement activé. C'est ainsi qu'on peut justifier la différence avec les résultats obtenus préalablement pour les matériaux exposés à  $40^\circ\text{C}$ .



**Figure 4.19 :** Courbes d'absorption d'eau distillée par le Carbone/Epoxy  $[90_4/0_4]$  et  $[45_4/0_4]$  à température ambiante.



**Figure 4.20 :** Courbes d'absorption d'eau de mer par le Carbone/Epoxy  $[45_4/0_4]$  et  $[90_4/0_4]$  à température ambiante.

La figure 4.19 met en évidence la cinétique d'absorption de l'eau déminéralisée pour les matériaux Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>], une cinétique d'absorption identique pour les deux matériaux, une absorption linéaire au tout début, suivie d'une stabilisation, puis d'une reprise qui est bien moins importante que pour l'exposition à 40°C, ce qui renforce l'hypothèse de Popineau [25] citée auparavant. Avec un taux d'absorption plus important pour le [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] tout comme pour les matériaux exposés à une température de 40°C. A ce propos B.F. Boukhoulda et al [32] ont étudié le même matériau en l'occurrence carbone/époxy en vieillissement hygrothermique. Nous pouvons notamment effectuer une comparaison entre l'orientation à 90° et à 45° étant donné que ce sont les matériaux qui font l'objet de notre étude. Nous constatons que les stratifiés orientés à 45° absorbent l'humidité plus que ceux orientés à 90°C d'où la conclusion tirée par les auteurs que la diffusion de l'humidité avec des angles plus faibles est beaucoup plus facile qu'avec des angles plus élevés.

Dans la figure 4.20, nous pouvons constater que l'absorption en eau de mer des matériaux cités dans le paragraphe précédent, présente un comportement quasi-identique avec un pseudo-palier de saturation qui arrive assez vite dans l'expérience mais qui prend beaucoup de temps qu'au cours de l'exposition à 40°C. La reprise arrive assez tardivement avant que l'absorption commence à se stabiliser vers la fin. Le comportement semble suivre le modèle Fickien, avant qu'il y ait une nouvelle fois reprise d'absorption qui est due éventuellement à des endommagements de type lixiviation au niveau de la matrice ou de l'interface fibre/matrice.

#### - Détermination des paramètres de diffusion :

La détermination des coefficients de diffusion pour chaque matériau dans chaque milieu en fonction de la température d'exposition se fait par la détermination de la pente de la partie linéaire de la courbe d'absorption. Les résultats obtenus sont présentés au tableau 4.6 :

Matériau	Stratification	Milieu	$D_{20^\circ}$ (mm <sup>2</sup> /s)	W (%)	$D_{40^\circ}$ (mm <sup>2</sup> /s)	W (%)	EN-Activation
V/V	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Dist	1,23E-06	0,5730	1,74E-06	0,7768	13.29 KJ/mole
V/V	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Dist	1,71E-06	0,5222	1,79E-06	0,7998	1.774 KJ/mole
V/V	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Mer	1,27E-06	0,7400	1,85E-06	1,1912	14.45 KJ/mole
V/V	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Mer	7,21E-07	0,5943	1,76E-06	1,3242	33.98 KJ/mole
C/E	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Dist	1,57E-06	1,3191	1,89E-06	2,0458	7.165 KJ/mole
C/E	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Dist	1,06E-06	1,4684	2,13E-06	2,1904	26.49 KJ/mole
C/E	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Mer	1,83E-06	1,1061	2,49E-06	3,5081	11.81 KJ/mole
C/E	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	E.Mer	1,68E-06	1,2379	2,57E-06	3,2661	16.18 KJ/mole

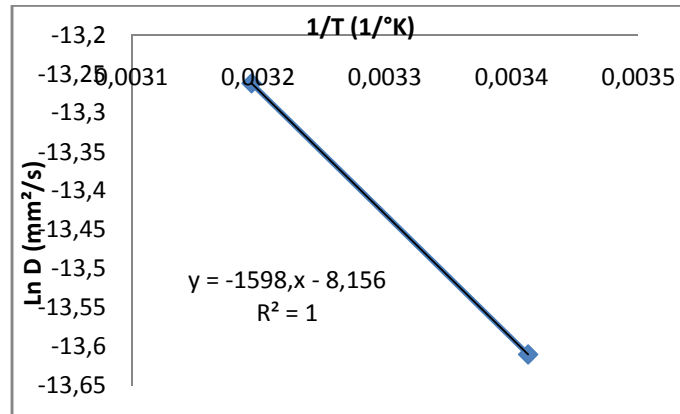
**Tableau 4.6 :** Résultats de la diffusion moléculaire

Au travers des résultats des coefficients de diffusion ci-dessus, nous pouvons conclure qu'il augmente en fonction de la température. Nous pouvons aussi conclure qu'en général, le carbone/époxy à un coefficient de diffusion supérieur au verre E/vinylester, ce qui est confirmé par les résultats de M.R.R.L. da Silva et al [46], qui ont retrouvé des coefficients de diffusion supérieurs pour un composite à base de fibre de carbone, comparativement à un autre en fibre de verre pour une même résine.

L'énergie d'activation du processus d'absorption pour chaque matériau est présentée dans le tableau 4.6. Elle est évaluée en considérant une relation de type Arrhenius (Chapitre III équation (III.13)) :

$$D = D_0 \cdot \text{Exp} \left( - \frac{E_a}{RT} \right)$$

En traçant  $\ln(D)$  en fonction de  $(1/T)$ , une droite de pente négative  $(- \frac{E_a}{R})$  est obtenue. Dans le cas de la présente étude,  $\ln(D)$  en fonction de  $(1/T)$  est tracée pour chaque matériau et chaque milieu. Un seul exemple sera donné. Pour les autres configurations, la détermination est faite de la même façon. Nous présentons l'exemple du verre E/vinylester (0/90) exposé en eau distillée.



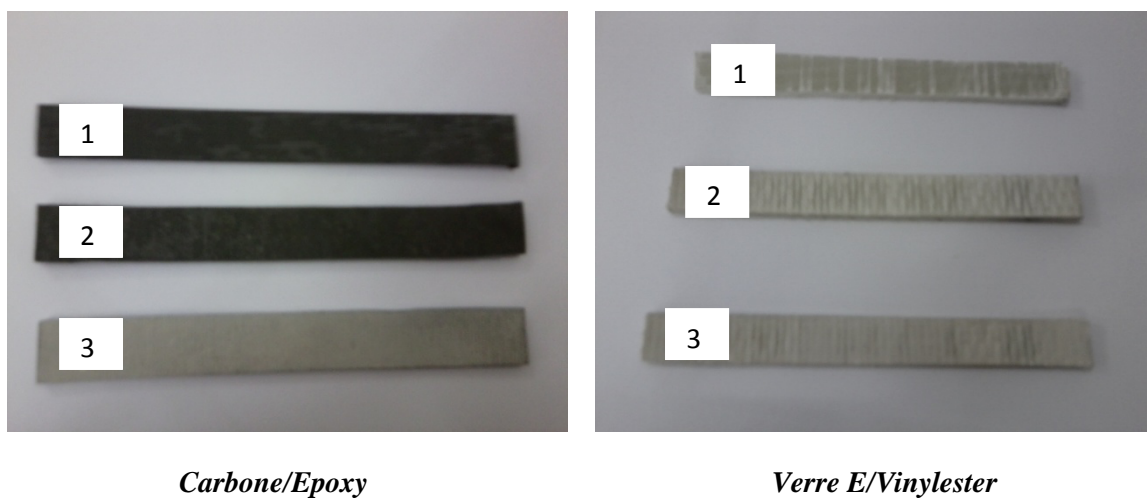
**Figure 4.21** : Evaluation de l'énergie d'activation du V/V [0<sub>4</sub>/90<sub>4</sub>] en eau distillée.

En utilisant la loi énoncée précédemment, nous aboutissons à :

$E_a = -[\text{tg}(\text{Ln } D = f(t)) * R] = 13,29 \text{ KJ/ Mole}$  : Pour le Verre E/Vinylester [0<sub>4</sub>/90<sub>4</sub>] en eau distillée.

### IV.6. 3 Observations visuelles

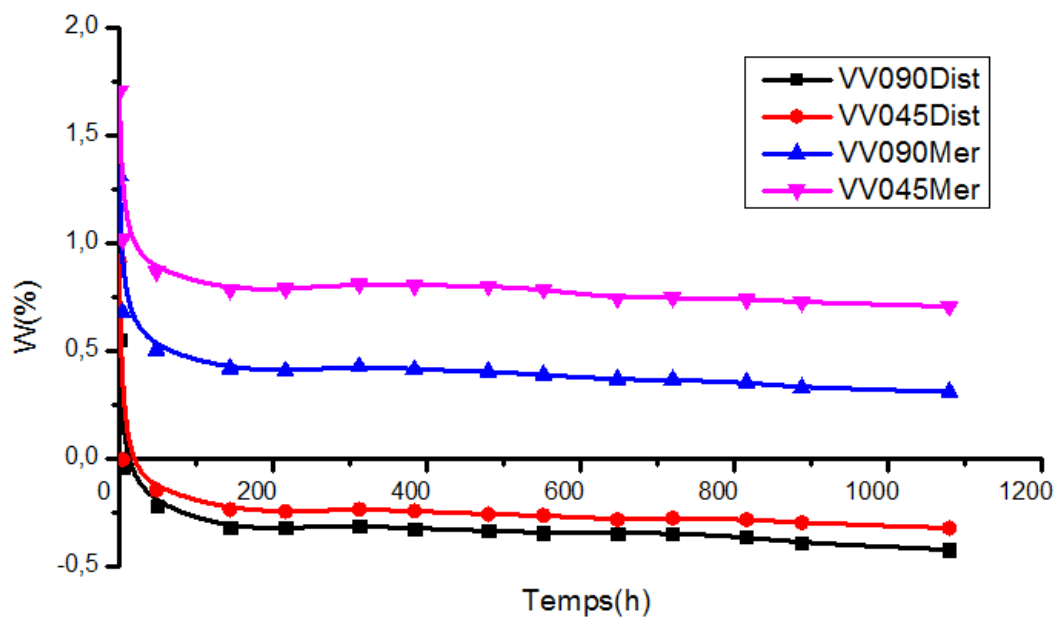
Parmi les conséquences du vieillissement sur les matériaux composites, Nous retrouvons notamment dans la présente étude, un changement d'aspect qui est très net, plus important en eau de mer qu'en eau distillée. Une perte de brillance assez importante est observée pour le carbone/époxy vieilli à 40°C en eau de mer. En eau distillée, elle est bien moindre. Quand au verre E/vinylester, la perte de brillance pour les deux milieux est assez semblable, malgré une perte supérieure, encore une fois, des échantillons exposés en eau de mer. A noter que pour le vieillissement à température ambiante, aucun changement d'aspect n'est constaté, malgré un même temps d'exposition. Les matériaux vieillis ont gardé le même aspect que les vierges.



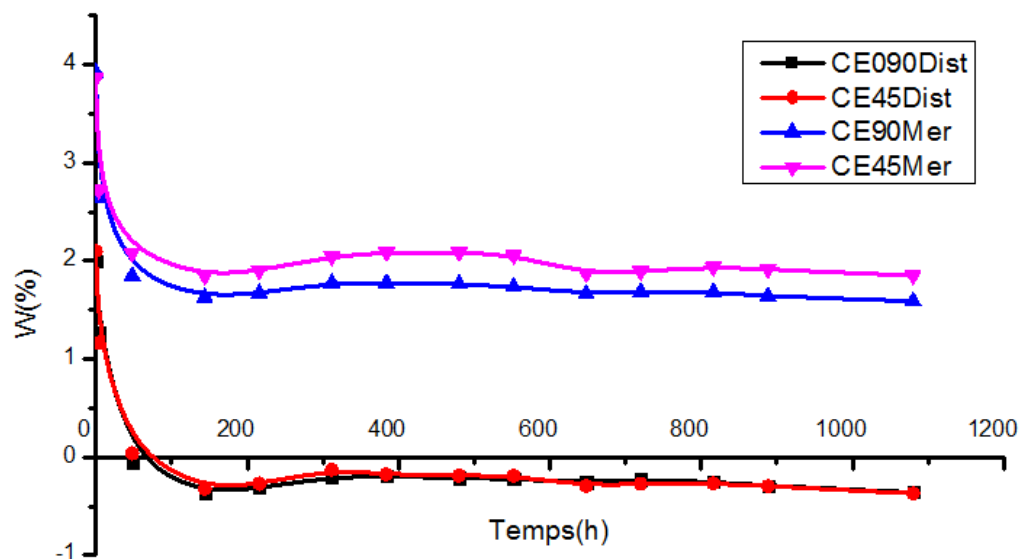
**Figure 4.22** : Changement d'aspect des composites ayant fait l'objet de l'étude au cours du vieillissement en immersion à 40°C : 1) Matériau vierge ; 2) Vieilli en eau distillée ; 3) Vieilli en eau de mer

#### IV.6.4 Effets du séchage des éprouvettes suite au vieillissement

Parmi les éprouvettes vieilles à 40°C, une éprouvette de chaque configuration a fait l'objet d'un séchage en étuve à la même température que pour le vieillissement. Ces expériences ont été effectuées pour vérifier l'éventuelle réversibilité du phénomène. Les résultats obtenus pour les changements de masse au cours du processus sont présentés aux courbes 4.23 et 4.24.



**Figure 4.23** : Séchage à 40°C des échantillons verre E/vinylester vieillis à 40°C dans les deux milieux



**Figure 4.24** : Séchage à 40°C des échantillons carbone/époxy vieillis à 40°C dans les deux milieux

Le comportement des matériaux au séchage est le même pour les deux matériaux vieilliss au préalable dans les deux milieux cités précédemment. Nous pouvons constater entre autre, la baisse de masse des matériaux vieilliss en eau distillée en deca de la masse initiale. Ces mêmes résultats ont été trouvés par B. Ellis et M.S. Found [47] et Lebel [15], qui ont observé après séchage d'échantillons vieilliss, une perte de masse de l'ordre de 0.4 % par rapport aux masses initiales pour des échantillons non recouverts de gel coat. Ceci peut s'expliquer par la dissolution de certains éléments présents dans la matrice. Lebel [15] à aussi parlé de bosses perceptibles au toucher. Il est possible que ces bosses soient des dépôts des matières solides en solution dans les cloques d'eau qui sont demeurées sous l'enduit gélifié lorsque l'eau s'est retirée. Dans notre cas, un fléchissement négligeable est observé, on peut le justifier de la même façon. A noter que les coefficients de diffusion sont plus élevés en séchage qu'en absorption d'humidité. C'est le cas dans l'étude qu'a mené Mercier [13]. Ceci montre que le séchage se fait à une plus grande vitesse que l'absorption d'humidité. Les coefficients de diffusion obtenus en séchage sont donnés au tableau 4.7.

Matériau	Stratification	Milieu de vieillissement	$D_{\text{séchage}} (40^{\circ}\text{C}) (\text{mm}^2/\text{s})$
Verre/Vinylester	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau distillée	4,10632E-05
Verre/Vinylester	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau distillée	6,37249E-05
Verre/Vinylester	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau de Mer	4,40433E-05
Verre/Vinylester	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau de Mer	4,77614E-05
Carbone/Epoxy	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau distillée	5,05972E-05
Carbone/Epoxy	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau distillée	6,4835E-05
Carbone/Epoxy	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau de Mer	8,87617E-05
Carbone/Epoxy	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau de Mer	7,90397E-05

**Tableau 4.7 :** Coefficients de diffusion des matériaux étudiés en séchage en étuve à 40°C

Nous pouvons déduire des valeurs de coefficients de diffusion plus importants pour les matériaux renforcés en fibre de carbone comme c'est le cas en absorption d'humidité. Nous pouvons donc conclure que les phénomènes de diffusion sont plus rapides pour les matériaux renforcés en fibre de carbone que ceux renforcés en fibre de verre E.

## IV.7 Caractérisation en flexion trois points

Les essais de flexion sur composites font l'objet des normes T 57- 105, T 57-302, ASTM D 790, JIS K 7074 ou EN ISO 14125. Ces essais sont largement utilisés dans les milieux industriels en raison de leur simplicité. Cependant, la flexion n'engendre pas un état de contrainte simple (ou pur) au sein des matériaux testés : les contraintes de traction sont maximales dans la partie convexe, les contraintes de compression sont maximales dans la partie concave et les contraintes de cisaillement sont maximales sur l'axe neutre de l'éprouvette. Deux configurations peuvent être retenues pour les essais : la flexion trois pannes et la flexion quatre pannes [24].

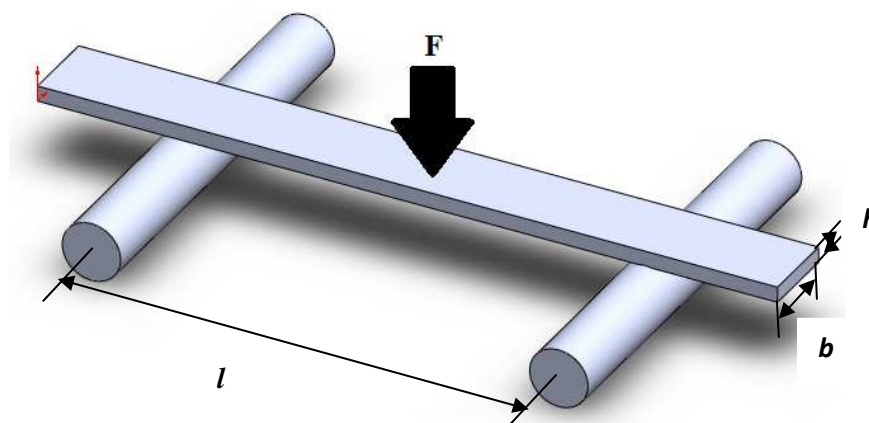
Les essais de flexion trois pannes sont menés sur des barreaux rectangulaires, la théorie des poutres permet d'exprimer :

- la contrainte normale en flexion :

$$\sigma_f = \pm \frac{3FL}{2bh^2} \quad (\text{IV.3})$$

- la contrainte de cisaillement interlaminaire maximale :

$$\tau_{13} = \frac{3F}{4bh} \quad (\text{IV.4})$$



**Figure 4.25 :** Essai de flexion trois points

- le module de flexion :

$$E_f = \frac{L^3}{4bh^3} \frac{F}{w} \quad (\text{IV.5})$$

- la déformation en surface :

$$\varepsilon = 6 \frac{wh}{l^2} \quad (\text{IV.6})$$

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

Pour  $\frac{L}{h} \geq 16$ , rupture en traction-compression ;

Pour  $\frac{L}{h} \leq 5$ , rupture en cisaillement interlaminaire.

#### ➤ Moyens d'essai

Les essais sont réalisés sur une machine d'essai universelle de type Thumier modèle TH3630 10-320-2003 (figure 4. 26), qui peut effectuer aisément la traction, la compression et la flexion avec changement de mors facilement démontables.



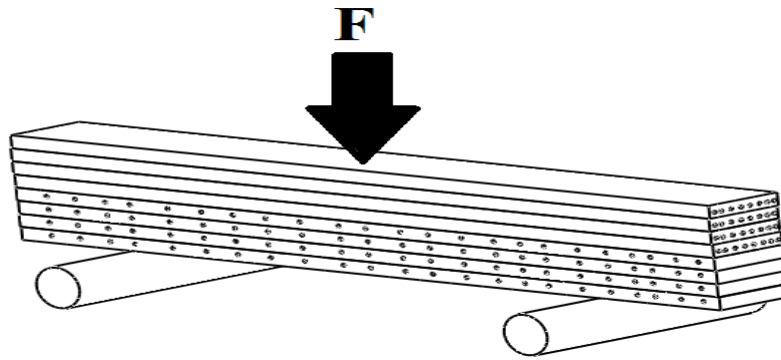
**Figure 4.26 :** Machine de flexion

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

La machine est pilotée par un ordinateur. A l'aide d'un logiciel. Nous pouvons enregistrer la flèche au centre de l'éprouvette et la force en temps réel au cours de l'essai à l'aide des capteurs de déplacement et d'effort en traçant la courbe effort/déplacement.

#### **IV.7.1 Caractérisation des éprouvettes non vieilles en flexion trois points**

Un total de trois (03) échantillons pour chaque configuration (figure 4.27) à été testé en flexion trois points sur la machine de flexion décrite précédemment. Un total de douze (12) essais est effectué pour le compte de la première campagne. La vitesse de chargement durant l'essai est de 2 mm/min. Les résultats étant pratiquement les mêmes pour les éprouvettes de même configuration, les résultats représenteront la moyenne obtenue pour les échantillons testés.



**Figure 4. 27:** Flexion trois points en disposant la partie +45° ou +90° sur les pannes

➤ **Verre E/Vinylester**

La distance entre appuis choisie est de 60 mm, ce qui fait que la condition  $\frac{L}{h} \geq 16$  qui implique une rupture en traction/compression est vérifiée. Les résultats obtenus pour chaque configuration sont représentés dans un tableau et une courbe représentative du comportement du matériau en flexion trois points est présentée.

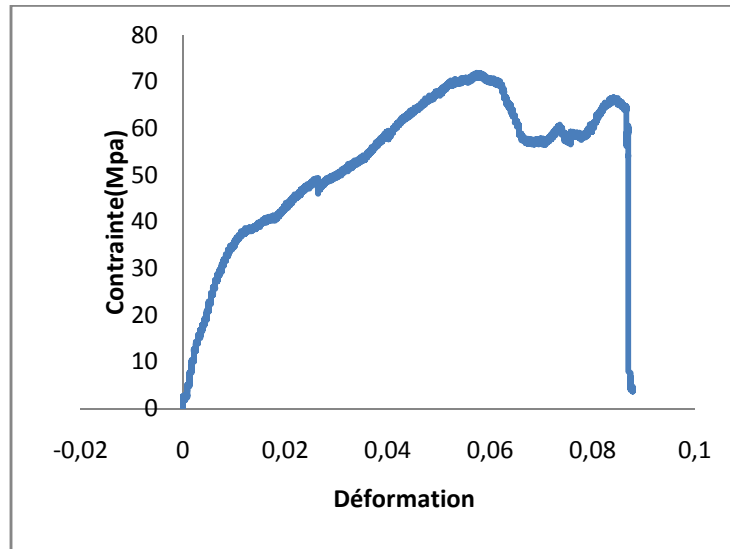
- Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Les résultats de l'essai sont représentés au tableau 4.8

Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
Sec1	94.19	10.33	2.51	58.96	81.54	20.9	3924	0.0874
Sec2	93.79	10.41	2.5	54.86	75.88	21.5	4076	0.0895
Sec3	94.44	10.31	2.51	51.93	71.95	21	4014	0.0878
Moyenne	94.14	10.35	2.506	55.25	76.45	21.13	4004.66	0.0882

**Tableau 4. 8 :** Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Verre/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Les valeurs obtenues sont assez proches, ce qui nous a permis de valider l'essai. Le comportement est semblable. Il est représenté par le graphe de la figure 4.28



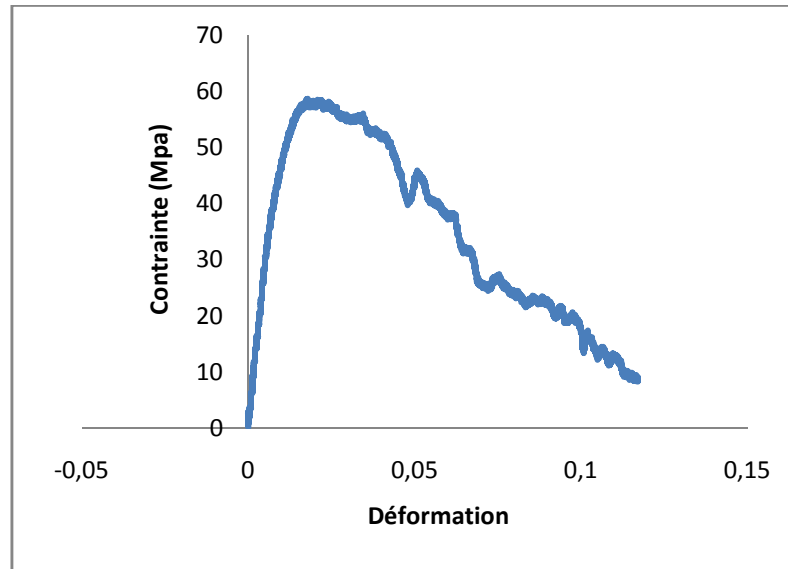
**Figure 4.28 :** Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Verre/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

- Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Les conditions étant les mêmes que pour l'essai précédent, les résultats sont donnés au tableau 4.9

Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
Sec4	95.31	10.65	2.5	43.37	58.64	28.1	5497	0.1171
Sec5	94.35	11.10	2.57	48.4	59.41	24.1	5638	0.1032
Sec6	95.45	10.35	2.58	52.59	68.70	20.82	4748	0.0894
Moyenne	95.03	10.7	2.55	48.12	62.25	24.34	5294.33	0.1032

**Tableau 4.9 :** Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Verre/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]



**Figure 4.29 :** Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Verre/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

➤ **Carbone/Epoxy**

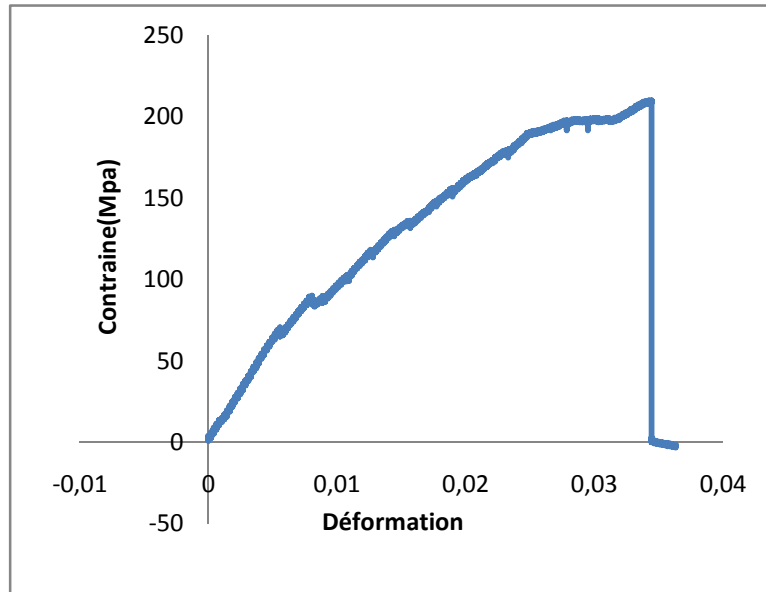
La distance entre appuis choisie est de 80 mm, ce qui fait que la condition  $\frac{L}{h} \geq 35$  qui implique une rupture en traction/compression est vérifiée.

- Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

La procédure est la même que pour la première configuration testée, le détail des dimensions des échantillons et les résultats de la flexion sont donnés dans le tableau 4.10

Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
Sec1	95.3	10.3	2.2	80.99	194.95	14.4	11854	0.0297
Sec2	95.3	10.6	2.2	95.12	222.48	18.8	12473	0.0387
Sec3	95.7	10.25	2.2	86.79	209.93	17.6	12680	0.0363
Moyenne	95.43	10.38	2.2	87.63	209.12	16.93	12335.66	0.0349

**Tableau 4. 10 :** Dimensions des éprouvettes et résultats de l'essai de flexion trois points pour le Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]



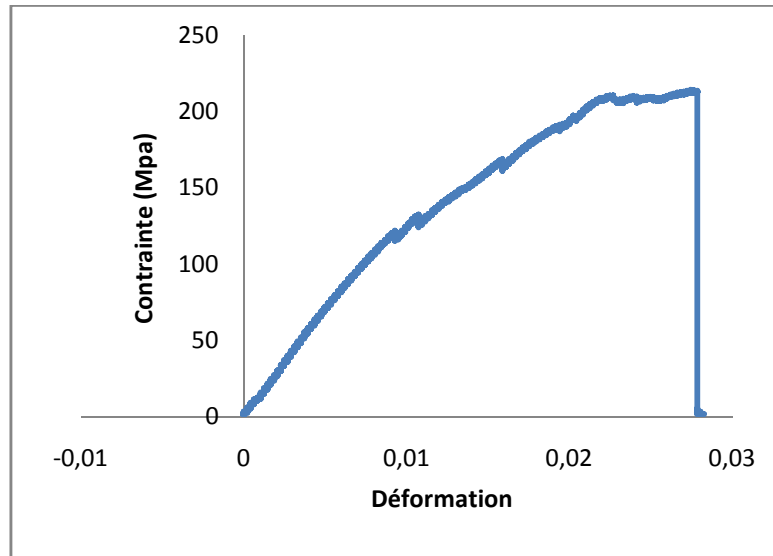
**Figure 4.30 :** Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

- Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Le détail des dimensions des échantillons et les résultats de la flexion sont donnés dans le tableau 4.11 :

Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
Sec4	93.45	10.75	2.25	92.77	204.55	15	13602	0.0316
Sec5	93.4	10.6	2.2	91.55	214.13	13.7	13438	0.0283
Sec6	95.3	10.5	2.2	90.79	214.38	17	13924	0.0351
Moyenne	94.05	10.66	2.216	91.70	211.02	15.23	13654	0.0316

**Tableau 4. 11 :** Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]



**Figure 4.31 :** Evolution de la contrainte en flexion en fonction de la déformation pour le Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Le comportement des éprouvettes vierges en flexion trois points semble être différent pour les deux configurations du verre E/vinylester et le même pour les deux configurations du carbone/époxy. Pour le verre E/vinylester le comportement est élastoplastique et fragile pour le carbone/époxy

## IV.7.2 Caractérisation des éprouvettes vieilles en flexion trois points

### IV.7.2.1 Eprouvettes vieilles à 40°

La configuration choisie pour mener cette campagne d'essais de flexion sur les échantillons vieillis est [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] ou [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] afin de diversifier les modes de rupture des éprouvettes. Deux échantillons ont été soumis aux essais de flexion trois points, le troisième étant soumis au séchage afin de vérifier la réversibilité du phénomène. Les résultats obtenus pour chaque configuration sont présentés ci-après

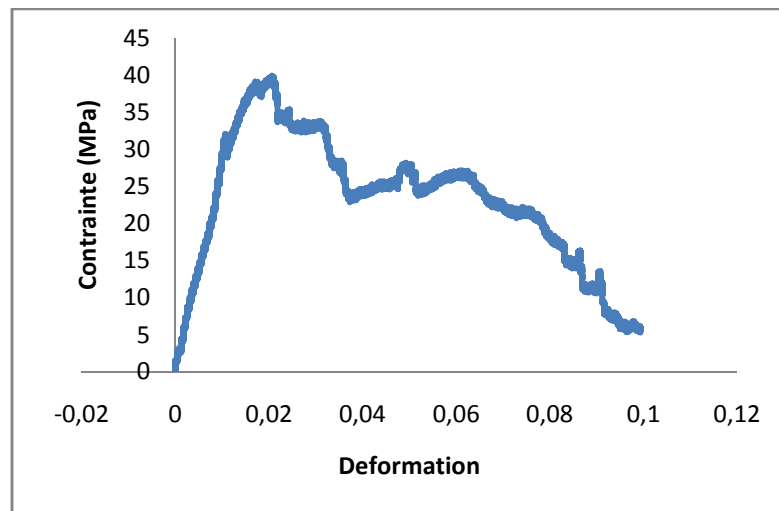
⇒ **Eprouvettes vieilles en eau déminéralisée**

➤ Verre E/Vinylester

- Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
VV1	94,85	2,6	10,15	39,69	48,12	2334	0,0979
VV2	94,14	2,57	10,19	29,92	40	2525	0,0994
Moyenne	94,495	2,585	10,17	34,805	44,06	2429,5	0,09865

**Tableau 4. 12 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

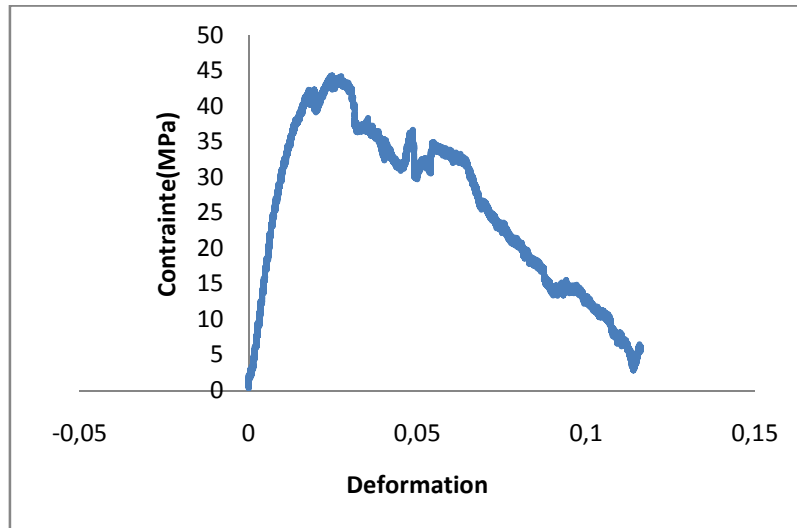


**Figure 4.32 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau distillée.

- Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
VV4	94,12	2,65	10,13	35,06	44,35	3168	0,116
VV5	99,05	2,63	10,44	39,02	48,63	3057	0,116
Moyenne	96,585	2,64	10,285	37,04	46,49	3112,5	0,116

**Tableau 4. 13 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

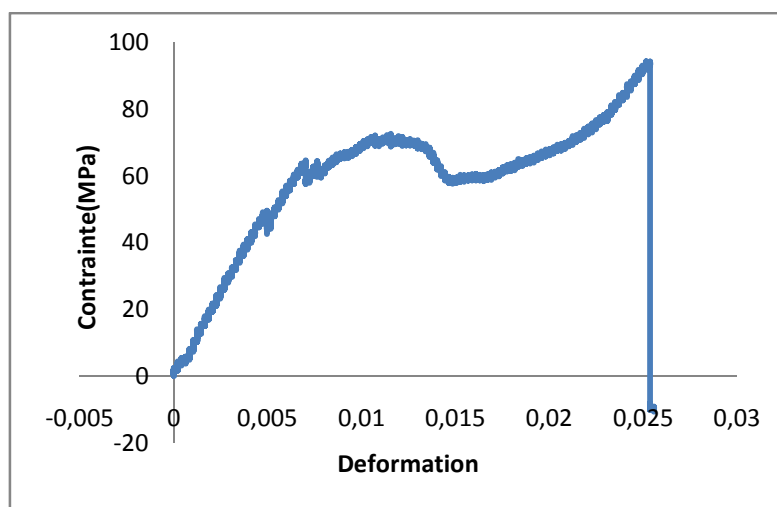


**Figure 4.33 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau distillée.

- Carbone /Epoxy
- Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
CE1	95,58	2,2	10,15	38,56	94,19	10545	0,0256
CE2	95,47	2,21	10,27	39,02	112,93	7638	0,0323
Moyenne	95,525	2,205	10,21	38,79	103,56	9091,5	0,02895

**Tableau 4. 14 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

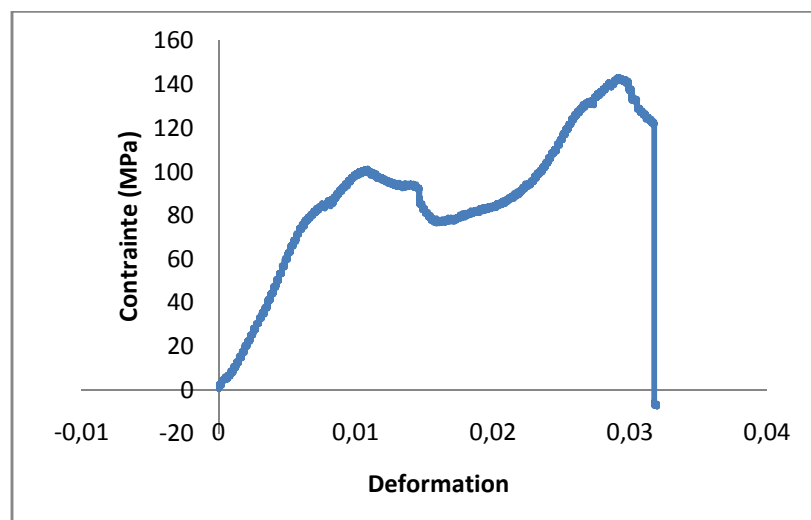


**Figure 4.34:** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau distillée.

- Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
CE4	93,44	2,23	10,45	62,05	143,28	11583	0,0319
CE5	93,95	2,22	10,38	44,26	103,82	8691	0,0231
Moyenne	93,695	2,225	10,415	53,155	123,55	10137	0,0275

**Tableau 4. 15 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]



**Figure 4.35 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau distillée.

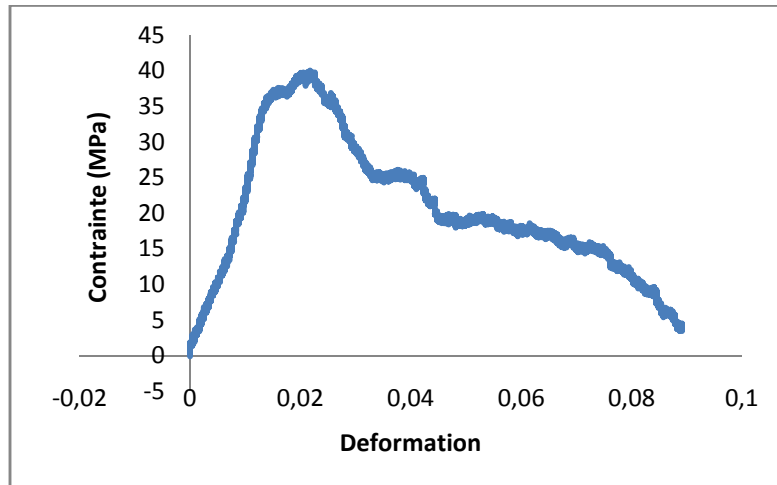
⇒ **Eprouvettes vieilles en eau de mer**

➤ Verre E/Vinylester

- Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
VV7	93,9	2,51	10,41	29,17	40	2008	0,0891
VV8	93,8	2,53	10,13	28,55	39,78	2001	0,0856
Moyenne	93,85	2,52	10,27	28,86	39,89	2004,5	0,08735

**Tableau 4. 16 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

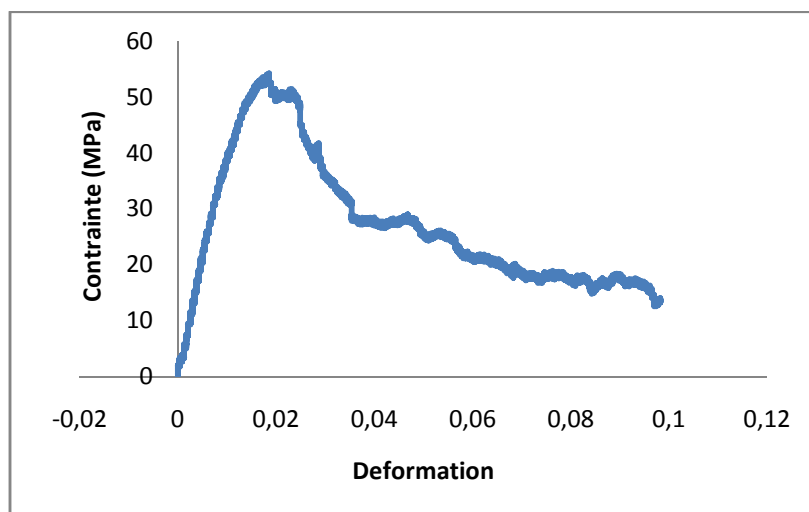


**Figure 4. 36:** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau de mer

- Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
VV10	97,54	2,53	10,4	40,2	54,35	4142	0,0982
VV11	95,57	2,65	10,35	53,96	66,816	4792	0,0835
Moyenne	96,555	2,59	10,375	47,08	60,583	4467	0,09085

**Tableau 4. 17 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

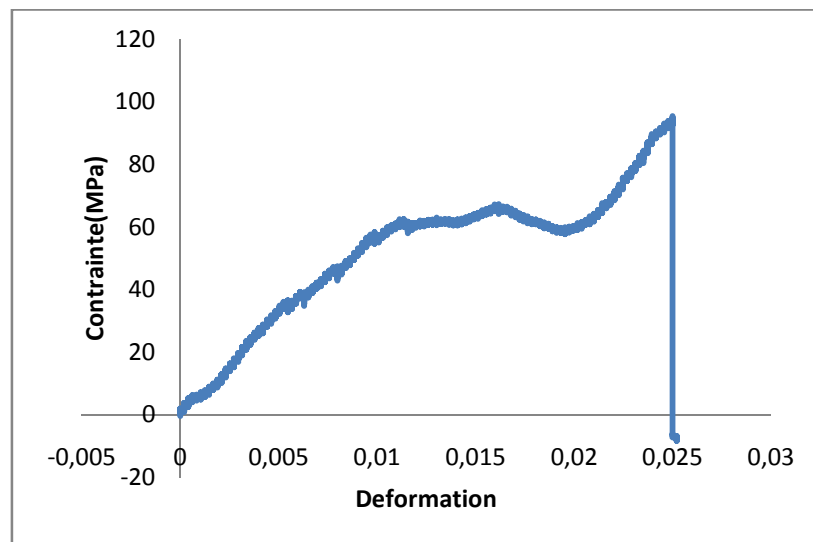


**Figure 4.37 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau de mer

- Carbone /Epoxy
- Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
CEA	95,51	2,24	10,25	40,85	95,31	7337	0,0252
CEB	95,57	2,2	10,24	47,3	114,52	7854	0,0279
Moyenne	95,54	2,22	10,245	44,075	104,915	7595,5	0,02655

**Tableau 4. 18 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone /Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

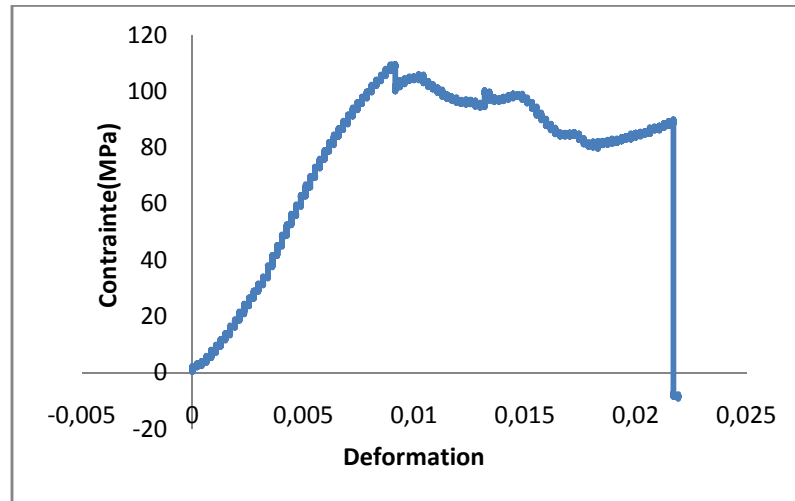


**Figure 4.38 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone /Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau de mer

- Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]

Echantillon	L(mm)	h(mm)	b(mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (MPa)	E(MPa)	ε <sub>max</sub>
CED	94,2	2,27	10,93	51,48	109,68	11308	0,0219
CEE	93,3	2,24	10,05	54,35	129,33	11453	0,0216
Moyenne	93,75	2,255	10,49	52,915	119,505	11380,5	0,02175

**Tableau 4. 19 :** Dimensions des échantillons et résultats des essais de flexion trois points sur Carbone /Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]



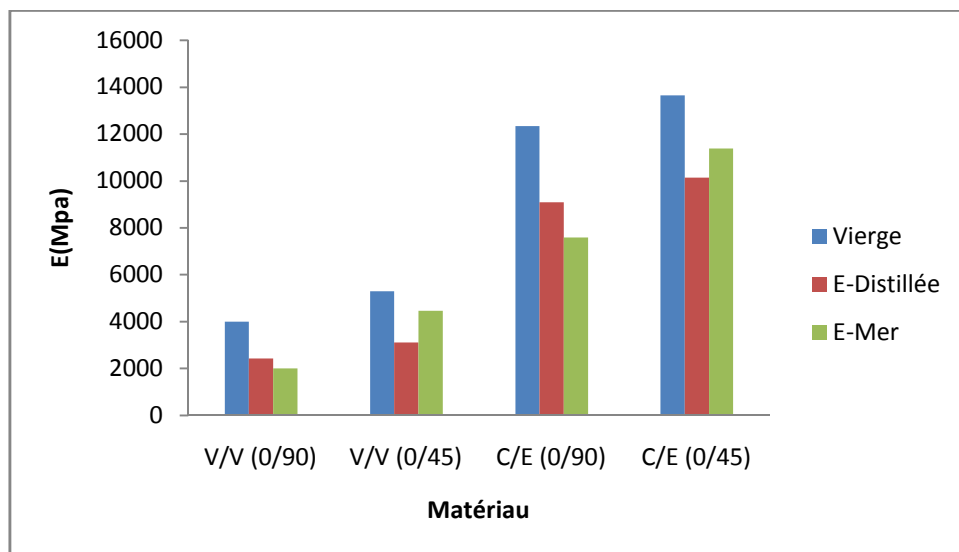
**Figure 4.39 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour Carbone /Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] vieilli en eau de mer

#### IV.7.2.1.1 Résultats, comparaison et discussion

Pour toutes les configurations, nous notons une baisse des propriétés mécaniques, le détail des résultats trouvés et leur comparaison avec les résultats des matériaux vierges sont donnés ci-après

##### ❖ Le module de flexion

Il a enregistré une baisse pour toutes les configurations des deux matériaux pour les deux milieux comme le montre la figure 4.40

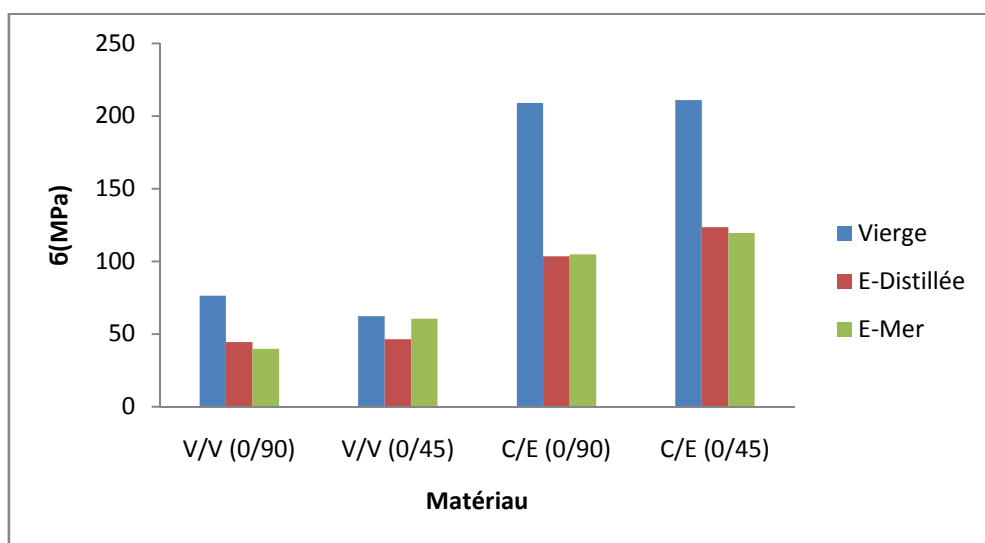


**Figure 4. 40 :** Evolution du module de flexion en eau de mer et déminéralisée à 40°C

Une baisse du module de rigidité est observée pour toutes les configurations comparativement au matériau vierge. Pour les matériaux à  $[90_4/0_4]$  l'eau de mer a été plus sévère du point de vue baisse du module de flexion, quand aux matériaux  $[45_4/0_4]$ , c'est plutôt l'effet inverse.

#### ❖ Contrainte à la rupture

Pour cette caractéristique, des baisses ont été notées aussi pour toutes les configurations et pour les deux milieux d'exposition, les résultats sont présentés à la figure 4.41



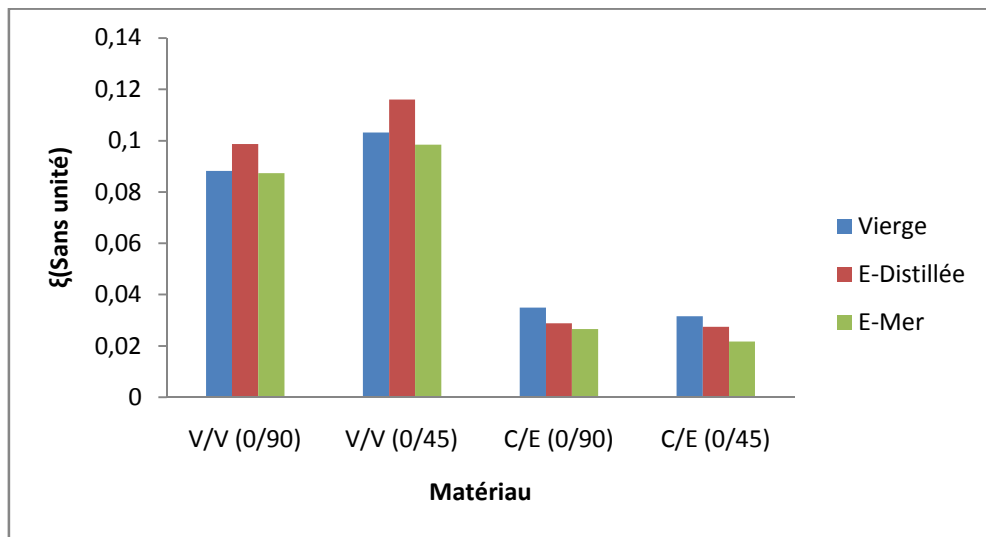
**Figure 4. 41 :** Evolution de la contrainte à la rupture en eau de mer et déminéralisée à 40°C

Pour le verre E/vinylester, l'eau de mer a eu un impacte plus sévère que l'eau distillée sur le [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>], quand au [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] la tendance s'inverse.

Pour le carbone/époxy, c'est l'inverse de ce qui s'est produit pour le verre/vinylester. Néanmoins, on peut dire que l'impact est pratiquement le même étant donné l'écart très serré entre les résultats obtenu pour les deux milieux.

#### ❖ Déformation à la rupture

Pour cette caractéristique, une divergence des résultats à été enregistrée. Ces derniers sont présentés à la figure 4.42.



**Figure 4. 42 :** Evolution de la déformation à la rupture en eau de mer et déminéralisée à 40°C

Pour le Verre E/Vinylester, l'eau distillée entraîne une augmentation de cette caractéristique pour les deux configurations, ce qui n'est pas le cas pour le Carbone/Epoxy pour le quel l'eau de mer a un sévère impact sur la déformation à la rupture. Une diminution à été enregistrée également en eau distillée.

#### IV.7.2.1.2 Tableau récapitulatif de l'effet du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des matériaux composites à matrice organique

Matériau	Architecture	Milieu	$E_{flexion}$ (MPa)	$\sigma_{R flexion}$ (MPa)	$\xi_{R flexion}$
Verre E/Vinylester	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau déminéralisée	-39.34 %	-42.37 %	+11.84%
		Eau de mer	-49.94 %	-47.82%	-0.97%
	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau déminéralisée	-41.22 %	-25.32%	+12.40%
		Eau de mer	-15.62 %	-2.68%	-11.97%
Carbone /Epoxy	[90 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau déminéralisée	-26.3%	-52.48%	-17%
		Eau de mer	-38.42 %	-49.83%	-23.93%
	[45 <sub>4</sub> /0 <sub>4</sub> ]	Eau déminéralisée	-25.76 %	-41.46%	-12.98%
		Eau de mer	-16.65%	-43.36%	-31.18%

**Tableau 4.15 :** Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des C.M.O

### IV.8 Discussion générale

Le vieillissement hygrothermique engendre un effet néfaste sur toutes les configurations des matériaux étudiés quelque soit le milieu considéré. Nous constatons notamment, une perte de rigidité et une baisse importante de la contrainte donc de la résistance à la flexion. Néanmoins, les matériaux gardent, même après vieillissement, le même comportement comme le montre les courbes de flexion (superposition en annexe). Les matériaux de même constitution et de même stratification présentent une courbe de même allure lors d'une sollicitation en flexion trois points. Seules les propriétés mécaniques présentent des changements. Certains auteurs [34] ; [35], ont pu trouver un lien entre le taux d'absorption et la baisse des propriétés mécaniques, quant à d'autres [36], ils notent que le taux d'eau absorbé ne donne aucune information sur la perte des propriétés mécaniques. Aucun rapport entre le taux de solvant absorbé et la perte des propriétés. Dans cette présente étude, la relation entre le taux d'absorption et la perte du module de flexion n'est vérifiée qu'à moitié. Dans le cas de l'exposition en eau distillée, ou les matériaux stratifiés à [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] ont absorbé plus de solvant et il en a résulté une perte de rigidité plus importante que pour les [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]. Pour l'exposition

en eau de mer, c'est plutôt le contraire, avec une perte de rigidité bien plus importante pour les (0/90) malgré une plus faible absorption.

On peut aussi déduire une différence dans la cinétique d'absorption des deux matériaux pour les différentes stratifications, températures et milieux. Les résultats sont unanimes. Le matériau carbone/époxy absorbe plus que le verre E/vinylester. L. Kumosa et al [38] ont étudié l'absorption d'humidité de matériaux en fibre de verre E associé à deux résines différentes à savoir, époxy et vinylester. Le résultat est que le matériau à base de vinylester à connu une plus faible prise de masse que le matériau à base d'époxy et cela est attribué à la stabilité chimique de la résine vinylester qui est supérieure à celle de l'époxy d'où sa meilleure résistance à l'absorption d'humidité.

A noter que dans la présente étude, à 40 °C, le taux d'absorption du solvant en eau de mer est supérieur à celui de l'eau déminéralisée, plusieurs études viennent contredire cela, [28], [34], [42] qui trouvent un taux d'absorption supérieur en eau distillée. Par ailleurs, Wellington Chu et al [43] ont étudié le vieillissement hygrothermique du composite verre E/vinylester à plusieurs températures. Pour toutes ces températures, l'absorption dans la solution saline est supérieure à celle recensée en eau déminéralisée, cela est du, d'après les auteurs, à un pH important pour l'eau de mer qui provoque des microfissurations importantes dans la résine vinylester, ce qui provoque la prise de masse mais aussi la dégradation de l'interface. A noter que les résultats trouvés par l'auteur pour les essais gravimétriques sont semblables aux nôtres pour le même matériau si on compare la température de 23°C à la température ambiante qui est celle du laboratoire pour cette étude, et la température de 40°C qui est celle de l'étuve. Nous pouvons aussi citer l'étude menée par M.A Abanilla et al [44] qui ont travaillé sur le matériau carbone/époxy et son vieillissement en eau de mer et eau déminéralisée. Des taux d'absorption plus importants ont été trouvés pour l'eau de mer. Les auteurs ont justifié ça par un niveau plus élevé de détérioration provoquée par les sels alcalins au niveau de l'interface fibre-matrice et dans la majeure partie de la résine tout en excluant l'implication de la fibre de carbone qui est considérée comme étant inerte, ceci vient renforcer la thèse énoncée par R. C. Wyatt and K. H. G. Ashbee [45] qui stipule que la fibre de carbone est hydrophobe contrairement à la fibre de verre qui est quant à elle, hydrophile.

Les essais de flexion des échantillons vieillis à la température ambiante (laboratoire) et les éprouvettes vieilles à 40°C puis séchées à la même température n'ont pas pu être menés en raison d'un problème technique qu'a connu la machine de flexion au moment d'effectuer

ces essais (la connexion entre l'ordinateur et la machine était impossible). Le cadran de la machine affichait le même signal en clignotant.

## IV.9 Conclusion

L'objet de ce chapitre est la caractérisation mécanique des matériaux composites carbone/époxy et verre E/vinylester avec deux stratifications vieillis en eau de mer et eau déminéralisée.

Les résultats obtenus montrent que la cinétique d'absorption est fickienne aux premiers temps du processus, mais sur le long terme, elle n'est plus fickienne, ceci pourrait être du à une dégradation irréversible des matériaux de type lixiviation ou hydrolyse ...

La cinétique d'absorption pour les matériaux exposés à une température ambiante montrent une plus grande stabilité, ceci met en évidence le rôle que joue la température dans le processus.

Quant à la caractérisation des matériaux vieillis à 40°C en flexion trois points, les résultats sont unanimes, le vieillissement hygrothermique a un impact négatif sur toutes les configurations étudiées, cela s'illustre notamment avec une perte du module de flexion mais aussi de la contrainte à la rupture.

A decorative border resembling a scroll, with a grey shaded area at the top right corner and a grey shaded area at the top left corner.

# Chapitre V

*Application de la théorie*  
*des stratifiés*

## V.1 Les structures composites (Stratifiés)

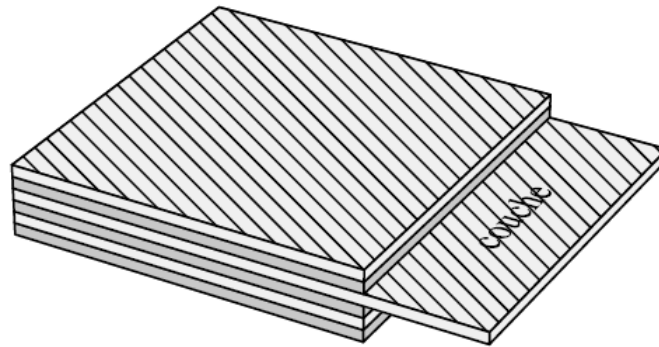
Les structures composites stratifiées sont constituées de couches successives de renforts imprégnés de résines. Les couches sont également nommées plis. Les structures stratifiées réalisées à partir de matériaux composites sont constituées d'empilements de nappes unidirectionnelles ou bidirectionnelles. Ces nappes sont formées de renforts en fibres longues liées par de la résine. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La résine assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir.

Les matériaux composites sont modélisés à une échelle intermédiaire entre l'échelle microscopique associée aux constituants de base du composite (le renfort et la matrice) et l'échelle macroscopique liée à la structure. À cette échelle, appelée mésoéchelle, une structure stratifiée est schématisée par un empilement de monocouches homogènes dans l'épaisseur et d'interfaces inter-laminaires. La couche et l'interface sont les deux entités appelées méso constituants, qui forment les bases des modèles dédiés à l'étude des structures stratifiées. L'interface inter laminaire est une entité surfacique assurant le transfert des déplacements et des contraintes normales d'une couche à une autre. En élasticité, les couches sont parfaitement liées et l'interface ne joue aucun rôle particulier. L'étude des composites jusqu'à la phase ultime de la rupture montrera l'utilité d'employer un modèle d'interface pour simuler les phénomènes de délaminage (séparation progressive des couches) [6].

Les stratifiés à base de fils ou de tissus unidirectionnels constituent un type de stratifié de base auquel peut se ramener en théorie tout autre type de stratifié. Ces stratifiés sont constitués de couches de fils ou de tissus unidirectionnels, dont la direction est décalée dans chaque couche [7].

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié.

Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques [5].



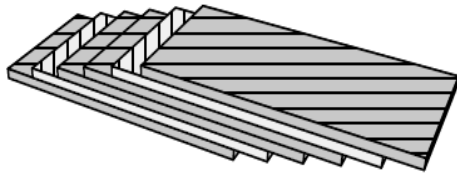
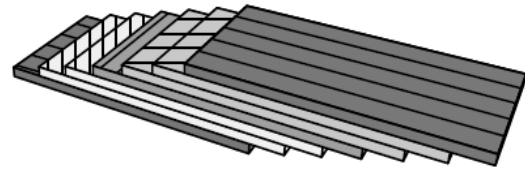
**Figure 5.1 :** Stratifié constitué de couches parfaitement liées

## V.2 Constitution et désignation

### V.2.1 Désignation

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

- Chaque couche est désignée par un nombre indiquant la valeur en degré de l'angle que fait la direction des fibres avec l'axe de référence  $x$ . Sur les figures 5.2(a) et 5.2(b), les couches sont représentées décalées les unes par rapport aux autres. La structure stratifiée est décrite de bas en haut ;
- Les couches sont nommées successivement entre crochet en allant de la face inférieure à la face supérieure. Les couches successives sont séparées par le symbole « / » comme l'exemple de la figure 5.2(a) :  $[-45/45/-45/-45/45/-45]$  ;
- Les couches successives d'un même matériau et de même orientation sont désignées par un indice numérique, comme l'exemple de la figure 5.2(b) :  $[0/45_2/90/-45_2/0]$  ;
- en cas de stratification hybride (différents matériaux dans un même stratifié), il faut préciser par un indice la nature de la couche ;
- En cas de structures symétriques, la moitié est codifiée et le symbole  $s$  indique la symétrie :  $[-45/45/-45/-45/45/-45]$  devient  $[-45/45/-45]_s$  et  $[0/45/45/90/-45/-45/0]$  devient  $[0/45_2/90/-45_2/0]$  [6].

Figure 5.2(a) :  $[-45/45/-45/-45/45/-45]$ Figure 5.2(b) :  $[0/45/45/90/-45/-45/0]$ 

### V.2.2 Constitution

Les structures stratifiées à base de tissus unidirectionnels sont constituées d'un grand nombre de couches ou plis. L'épaisseur d'une couche dépend de son grammage. L'épaisseur de chacune des couches est généralement très faible, de l'ordre de 0,125 mm pour un matériau carbone/époxy de type Aéronautique et 0,3 mm pour ceux qui sont utilisés dans l'Industrie Nautique. Ces structures stratifiées sont constituées de couches unidirectionnelles avec des fibres orientées de façon différente d'une couche à l'autre afin d'obtenir les propriétés mécaniques souhaitées pour la structure finale [6].

## V.3. Calcul de stratifiés

### V.3.1 Les fractions massiques et volumiques

Un des facteurs les plus importants qui déterminent les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite est la proportion relative de matrice et de renfort. Cette proportion peut être exprimée soit en fraction volumique (ou fraction en volume), soit en fraction massique (ou fraction en masse). Les fractions massiques sont plus faciles à mesurer lors de l'élaboration des matériaux. Par contre, les fractions volumiques interviennent directement dans les modèles théoriques décrivant le comportement mécanique des matériaux. Il est donc nécessaire de savoir passer de l'une à l'autre de ces fractions. Ces expressions seront établies pour un matériau à deux phases, puis étendues à un matériau à plus de deux phases.

#### V.3.1.1 Fractions volumiques

Considérons un volume  $v_c$  de matériau composite, composé d'un volume  $v_f$  de fibres et d'un volume  $v_m$  de matrice. Par la suite, les indices c, f et m seront systématiquement utilisés

comme indices respectifs des caractéristiques du matériau composite, des fibres et de la matrice.

La fraction volumique de fibres est :

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} \quad (\text{V.1})$$

La fraction volumique de la matrice est :

$$V_m = \frac{v_m}{v_c} \quad (\text{V.2})$$

Avec  $V_m = 1 - V_f$  (V.3)

Puisque  $v_c = v_f + v_m$  (V.4)

### V.3.1.2 Fractions massiques

Les fractions massiques sont définies de la même manière à partir des masses  $p_c, p_f, p_m$  respectives de matériau composite, de fibres, de matrice. Les fractions massiques ou fractions en masse de fibres et de matrice s'écrivent respectivement :

$$P_f = \frac{p_f}{p_c} \quad (\text{V.5})$$

$$P_m = \frac{p_m}{p_c} \quad (\text{V.6})$$

Puisque  $P_m = 1 - P_f$  (V.7)

### V.3.2 Constitution d'un matériau composite unidirectionnel

Un composite unidirectionnel est constitué de fibres parallèles disposées dans une matrice. Ce type de matériau constitue la configuration de base des matériaux composites à fibres. D'où l'importance de son étude. La cellule peut être considérée en première approximation comme constituée d'une fibre entourée d'un cylindre de matrice

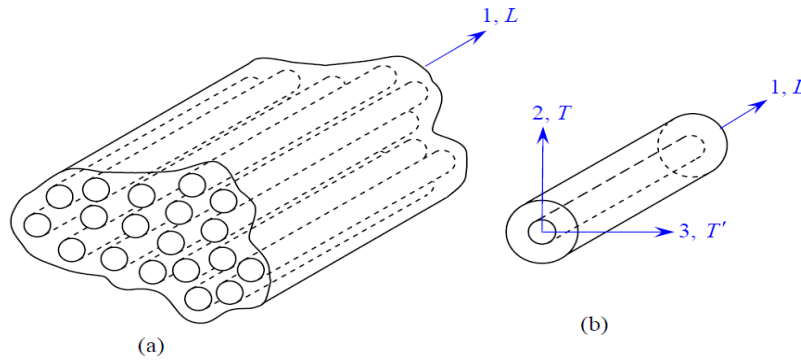


Figure 5.3 : Composite unidirectionnel

#### V.3.2.1 Matrice de rigidité et de souplesse

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{23} & C_{22} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C_{22} - C_{23}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}$$

$$\sigma = c \varepsilon$$

Les matrices de rigidité et de souplesse sont l'inverse l'une de l'autre, le comportement élastique d'un composite unidirectionnel est caractérisé par 05 coefficients indépendants

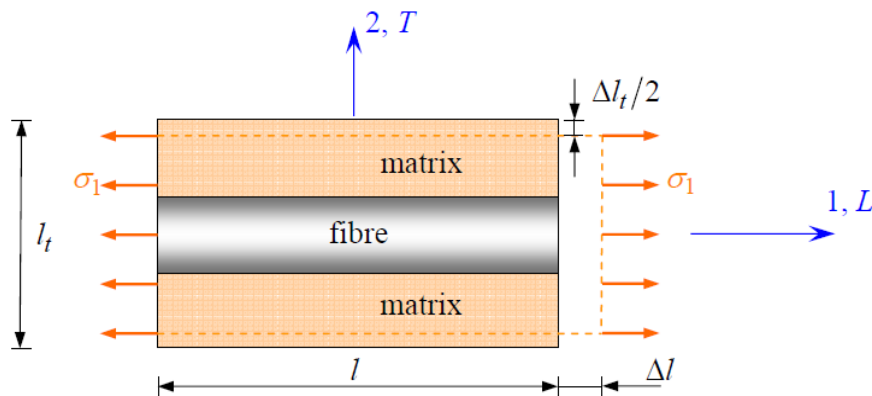
$$C_{11}, C_{12}, C_{22}, C_{23}, C_{66}$$

$$S_{11}, S_{12}, S_{22}, S_{23}, S_{66}$$

### V.3.2.2 Détermination des caractéristiques mécaniques des composites

➤ Module de YOUNG longitudinal

Le module d'Young longitudinal est déterminé dans un essai de traction longitudinale (figure 5.4).



**Figure 5.4 :** Schéma simplifié d'une traction longitudinale

L'hypothèse simplificatrice est de supposer une déformation uniforme et identique dans la fibre et dans la matrice. Si  $\Delta l$  est l'allongement de la cellule (identique à celui de la fibre et de la matrice), la déformation longitudinale imposée à la cellule est :

$$\varepsilon_1 = \frac{\Delta l}{l} \quad (\text{V.8})$$

Où  $l$  est la longueur de cellule considérée. L'identité des déformations dans la fibre et dans la matrice impose :

$$\varepsilon_f = \varepsilon_m = \varepsilon_1 \quad (\text{V.9})$$

Si la fibre et la matrice ont un comportement élastique, les contraintes dans la fibre et la matrice sont exprimées par :

$$\sigma_f = E_f \varepsilon_1 \quad (\text{V.10})$$

$$\sigma_m = E_m \varepsilon_1$$

La charge totale appliquée est :

$$F_1 = \sigma_f S_f + \sigma_m S_m \quad (\text{V.11})$$

Où  $S_f$  et  $S_m$  sont respectivement les aires des sections droites de la fibre et de la matrice. Si  $S$  est l'aire de la section droite de la cellule moyenne, la contrainte moyenne  $\sigma_1 = \frac{F_1}{S}$  s'écrit :

$$\sigma_1 = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (\text{V.12})$$

Cette contrainte moyenne est liée à la déformation de la cellule par le module d'Young longitudinal :

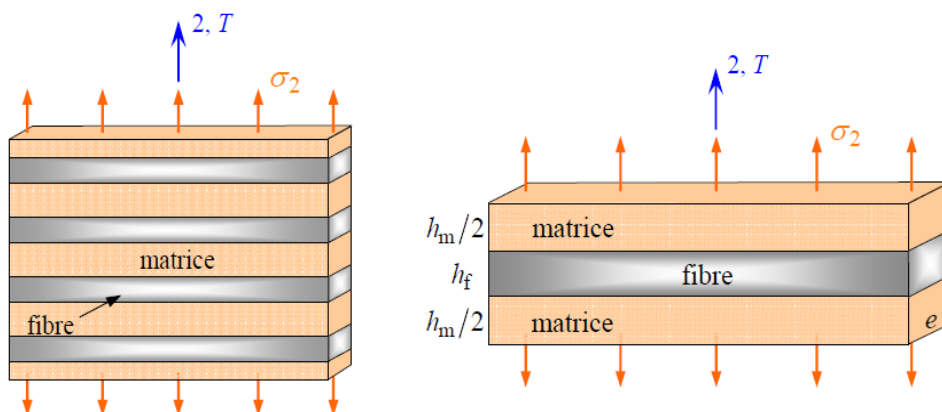
$$\sigma_1 = E_L \varepsilon_1 \quad (\text{V.13})$$

La combinaison des relations (V.10) à (V.13) conduit à l'expression du module d'Young longitudinal :

$$E_L = E_f V_f + E_m (1 - V_f). \quad (\text{V.14})$$

Cette expression est connue sous le nom de *loi des mélanges* pour le module d'Young dans la direction des fibres. La variation du module est linéaire entre les valeurs  $E_m$  module de la matrice et  $E_f$  module des fibres, lorsque la fraction volumique  $V_f$  de fibres varie de 0 à 1.

➤ Module d'YOUNG transverse



**Figure 5.5 :** Schématisation par couches d'un composite unidirectionnel

Le module d'Young transverse est déterminé dans un essai de traction transverse où le composite est chargé suivant la direction normale aux fibres. Une expression simplifiée de ce module peut être obtenue dans un schéma simpliste à deux dimensions. Dans un tel schéma, une tranche de matériau composite, d'épaisseur donnée, est considérée comme étant constituée (figure 5.5) de couches successives, possédant alternativement les propriétés des fibres et de la matrice. La hauteur des couches doit simplement vérifier :

$$V_f = \frac{h_f}{h_f + h_m} \quad \text{et} \quad 1 - V_f = \frac{h_m}{h_m + h_f} \quad (\text{V.15})$$

La charge  $F_2$  imposée suivant la direction transverse est transmise intégralement dans la fibre et dans la matrice, imposant des contraintes égales :

$$\sigma_m = \sigma_f = \sigma_2 \quad (\text{V.16})$$

Il en résulte que les déformations respectives de la fibre et de la matrice dans la direction transverse s'écrivent :

$$\varepsilon_f = \frac{\sigma_2}{E_f} \quad \text{et} \quad \varepsilon_m = \frac{\sigma_2}{E_m} \quad (\text{V.17})$$

L'allongement transverse d'une cellule élémentaire résulte des allongements cumulés dans la fibre et la matrice. Soit :

$$\Delta l_2 = \varepsilon_f h_f + \varepsilon_m h_m$$

Et la déformation transverse s'écrit :

$$\varepsilon_2 = \frac{\Delta l_2}{h_m + h_f} = \varepsilon_f \frac{h_f}{h_f + h_m} + \varepsilon_m \frac{h_m}{h_m + h_f} \quad (\text{V.18})$$

Soit :

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_f V_f + \varepsilon_m (1 - V_f) \quad (\text{V.19})$$

Cette déformation est liée à la contrainte imposée sur la cellule, par le module transverse :

$$\sigma_2 = E_T \varepsilon_2 \quad (\text{V.20})$$

La combinaison des expressions (V.18) à (V.20) conduit à l'expression du module transverse:

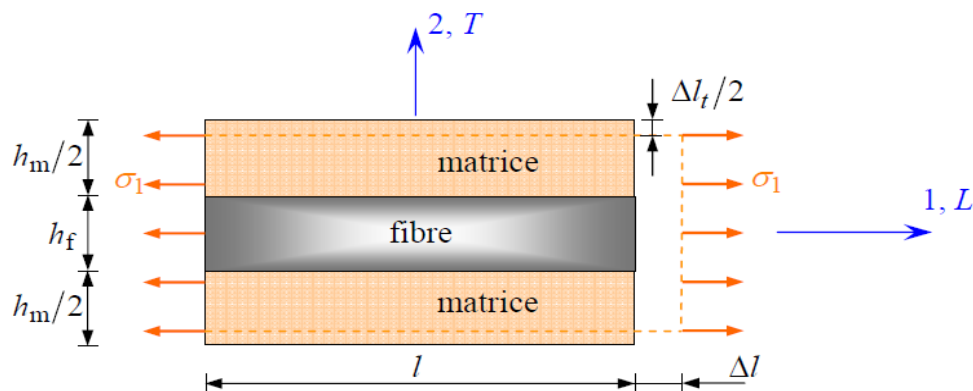
$$\frac{1}{E_T} = \frac{V_f}{E_f} + \frac{1-V_f}{E_m} \quad (\text{V.21})$$

Cette expression est connue sous le nom de loi inverse des mélanges et peut être réécrite, en rapportant le module transverse au module d'Young de la matrice, suivant une relation sans dimension sous la forme :

$$\frac{E_T}{E_m} = \frac{1}{1 + \left(\frac{E_m}{E_f} - 1\right) V_f} \quad (\text{V.22})$$

➤ Coefficient de poisson longitudinal

Pour déterminer le coefficient de Poisson longitudinal  $\nu_{LT}$ , nous reprenons le schéma précédent dans lequel le composite unidirectionnel est schématisé par couches successives. Le coefficient  $\nu_{LT}$  est déterminé dans un essai de traction longitudinale, schématisé sur la figure (5.6). Ce schéma diffère de celui de la détermination du module de Young longitudinal par la modélisation de la cellule élémentaire.



**Figure 5.6 :** Schéma par couches d'une traction longitudinale.

Comme cité précédemment, la fibre et la matrice subissent des déformations identiques. Il en résulte que les déformations transverses dans les fibres et la matrice s'écrivent :

$$\varepsilon_{2m} = - \nu_m \varepsilon_1$$

$$\varepsilon_{2f} = - \nu_f \varepsilon_1$$

L'allongement transverse de la cellule élémentaire est :

$$\Delta l_t = - \nu_m \varepsilon_1 h_m - \nu_f \varepsilon_1 h_f$$

Et la déformation transverse s'écrit :

$$\varepsilon_2 = \frac{\Delta l_t}{h_f + h_m} = - [\nu_m (1 - V_f) + \nu_f V_f] \varepsilon_1$$

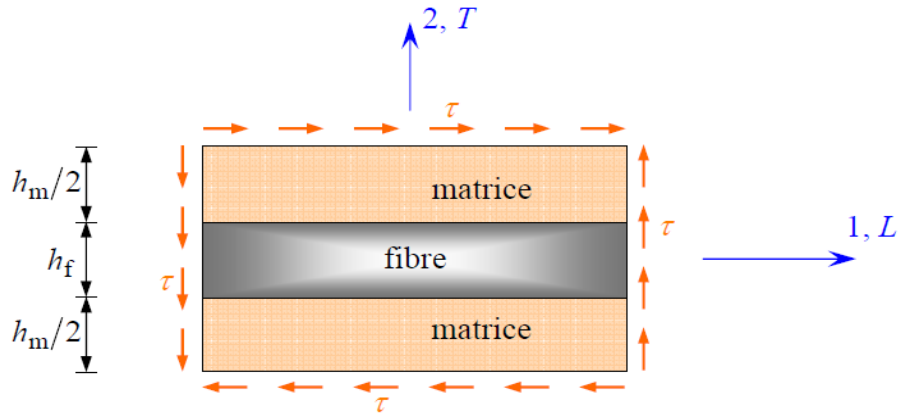
D'où l'expression du coefficient de Poisson :

$$\nu_{LT} = \nu_f V_f + \nu_m (1 - V_f) \quad (V.23)$$

Cette expression est la loi des mélanges pour le coefficient de Poisson longitudinal. La variation de  $\nu_{LT}$  en fonction de la fraction volumique de fibres est linéaire entre  $\nu_m$  et  $\nu_f$ . Dans la pratique, les valeurs de  $\nu_m$  et  $\nu_f$  sont assez proches (voisines de 0,3). Le coefficient de Poisson  $\nu_{LT}$  restera donc également proche de cette valeur.

#### ➤ Module de cisaillement longitudinal

Le module de cisaillement longitudinal  $G_{LT}$  est déterminé dans un essai de cisaillement longitudinal schématisé sur la figure (5.7), en utilisant à nouveau la modélisation par couches du composite unidirectionnel.



**Figure 5.7 :** Schéma par couches d'un essai de cisaillement longitudinal.

Les contraintes en cisaillement dans la fibre et dans la matrice sont égales, du fait des contraintes  $\tau$  imposées sur la cellule. Les déformations en cisaillement de la fibre et de la matrice s'expriment donc suivant :

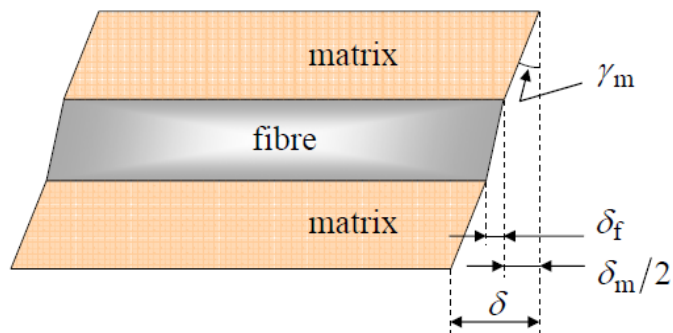
$$\gamma_f = \frac{\tau}{G_f} \text{ et } \gamma_m = \frac{\tau}{G_m} \tag{V.24}$$

Les déformations induites dans la fibre et dans la matrice (figure 5.8) sont :

$$\delta_f = h_f \gamma_f \text{ et } \delta_m = h_m \gamma_m$$

La déformation totale de la cellule (figure 5.8) est

$$\delta = \delta_f + \delta_m = h_f \gamma_f + h_m \gamma_m$$



**Figure 5.8 :** Déformations en cisaillement de la matrice et de la fibre.

Et l'angle de cisaillement de la cellule est déterminé par l'expression :

$$\gamma = \frac{\delta}{h_f + h_m} = \gamma_f V_f + \gamma_m (1 - V_f) \quad (\text{V.25})$$

Cet angle est lié à la contrainte de cisaillement par le module de cisaillement longitudinal  $G_{LT}$  suivant la relation :

$$\gamma = \frac{\tau}{G_{LT}} \quad (\text{V.26})$$

En combinant les expressions (V.24) à (V.26), nous obtenons :

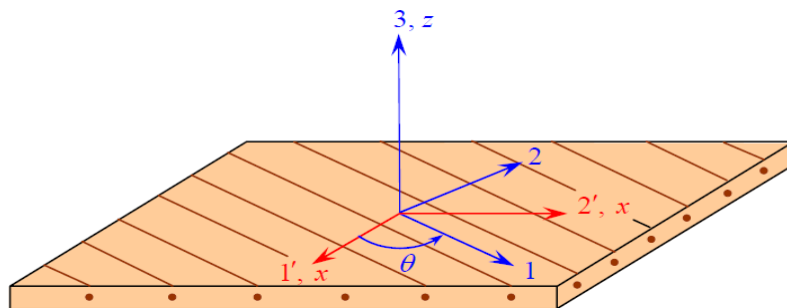
$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{V_f}{G_f} + \frac{1 - V_f}{G_m} \quad (\text{V.27})$$

Cette expression a une forme identique à celle obtenue (V.21) pour le module d'Young transverse. Les mêmes considérations peuvent être transposées ici.

### V.3.2.3 Matériau composite en dehors de ses axes principaux

#### ➤ Matrices de rigidité et de souplesse

Les matrices de rigidité  $C'$  et de souplesse  $S'$ , exprimées dans la base (1', 2', 3), sont obtenues en appliquant aux matrices de rigidité et de souplesse, rapportées à la base (1, 2, 3), les relations de changement de base (a) et (b) citées ci-après



**Figure 5.9 :** Axes principaux (1, 2, 3) d'une couche de stratifié et axes de référence (1', 2', 3) = (x, y, z) du stratifié.

$$C' = T_{\sigma}^{-1} C T_{\varepsilon} \quad (\text{a})$$

$$S' = T_\varepsilon^{-1} S T_\sigma \quad (\text{b})$$

Ces matrices s'écrivent sous forme :

$$\begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} & 0 & 0 & A_{16} \\ A_{12} & A_{22} & A_{23} & 0 & 0 & A_{26} \\ A_{13} & A_{23} & A_{33} & 0 & 0 & A_{36} \\ 0 & 0 & 0 & A_{44} & A_{45} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & A_{45} & A_{55} & 0 \\ A_{16} & A_{26} & A_{36} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{V.28})$$

Avec :  $A_{ij} = C'_{ij}$

### V.3.2.4 Etat de contraintes planes

➤ Etat de contraintes à deux dimensions

Un état de contraintes en un point M à deux dimensions est caractérisé par le tenseur des contraintes suivant :

$$\sigma(\text{M}) = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{V.29})$$

➤ Matrice de rigidité dans les axes principaux

La matrice de rigidité réduite, exprimée dans les axes principaux s'écrit donc :

$$E = \begin{bmatrix} E_{11} & E_{12} & 0 \\ E_{12} & E_{22} & 0 \\ 0 & 0 & E_{66} \end{bmatrix} \quad (\text{V.30})$$

La relation d'élasticité peut être présentée sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{11} & E_{12} & 0 \\ E_{12} & E_{22} & 0 \\ 0 & 0 & E_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad (\text{V.31})$$

Les contraintes dans les axes principaux sont déterminées comme suit :

$$\begin{bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \tau_{lt} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 2 \cos \theta \sin \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & -2 \cos \theta \sin \theta \\ -\cos \theta \sin \theta & \cos \theta \sin \theta & (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.32})$$

### V.3.2.5 Théorie classique des stratifiés (sans cisaillement transverse)

➤ Champs des déformations

Le tenseur des déformations en un point M est :

$$\varepsilon(\mathbf{M}) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & 0 \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{V.33})$$

$$\varepsilon(\mathbf{M}) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.34})$$

Le champ des déformations est la superposition

- Des déformations en membrane

$$\varepsilon_m(\mathbf{M}) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^\circ \\ \varepsilon_{yy}^\circ \\ \varepsilon_{xy}^\circ \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_0}{\partial x} \\ \frac{\partial v_0}{\partial y} \\ \frac{\partial u_0}{\partial y} - \frac{\partial v_0}{\partial x} \end{bmatrix} \quad (\text{V.35})$$

S'exprime exclusivement en terme de déplacements  $(u_0, v_0)$  dans le plan  $(oxy)$  des points de ce plan

- Déformations en flexion et en torsion

$$\varepsilon_f (M) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^f \\ \varepsilon_{yy}^f \\ \gamma_{xy}^f \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -Z \frac{\delta^2 \omega_0}{\partial x^2} \\ -Z \frac{\delta^2 \omega_0}{\delta y^2} \\ -2Z \frac{\delta^2 \omega_0}{\delta_x \delta_y} \end{bmatrix} \quad (\text{V.36})$$

La déformation en flexion et en torsion s'exprime comme suit :

$$\varepsilon_f (M) = Z k (x, y) \quad (\text{V.37})$$

$K(x,y)$  est appelée matrice des courbures de la plaque stratifiée en flexion

Le champ des déformations s'écrit

$$\varepsilon (M) = \varepsilon_f (M) + \varepsilon_m (M) \quad (\text{V.38})$$

Tel que :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^\circ \\ \varepsilon_{yy}^\circ \\ \gamma_{xy}^\circ \end{bmatrix} + Z \begin{bmatrix} k_x \\ k_y \\ k_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.39})$$

➤ Champ des contraintes

Les contraintes dans les couches  $k$  s'expriment comme suit

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix}_k = \begin{bmatrix} E'_{11} & E'_{12} & E'_{16} \\ E'_{12} & E'_{22} & E'_{26} \\ E'_{16} & E'_{26} & E'_{66} \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^\circ \\ \varepsilon_{yy}^\circ \\ \gamma_{xy}^\circ \end{bmatrix} + Z \begin{bmatrix} E'_{11} & E'_{12} & E'_{16} \\ E'_{12} & E'_{22} & E'_{26} \\ E'_{16} & E'_{26} & E'_{66} \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} k_x \\ k_y \\ k_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.40})$$

$$\sigma_k (M) = \sigma_k (x, y, z) = E'_k \varepsilon_m (x, y) + z E'_k k (x, y)$$

$\sigma_k (M)$  représente la matrice des contraintes dans la couche  $k : h_{k-1} \leq z \leq h_k$

- Expressions des résultantes et moments
- ❖ Résultante en membrane

L'expression des résultantes en membrane dans le cadre de la théorie des stratifiés nous donne :

$$N(x,y) = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} [E'_k \varepsilon_m(x,y) + zE'_k k(x,y)] dz \quad (\text{V.41})$$

Soit :

$$N(x,y) = A \varepsilon_m(x,y) + Bk(x,y)$$

Ceci en introduisant les matrices :

$$A = \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) E'_k$$

$A = [A_{ij}]$  : Matrice de rigidité en membrane

$$B = \sum_{k=0}^n \frac{1}{2} (h_k^2 - h_{k-1}^2) E'_k$$

$B = [B_{ij}]$  : Matrice de couplage membrane-flexion-torsion

- ❖ Moments de flexion et de torsion

$$M_f(x,y) = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} [zE'_k \varepsilon_m(x,y) + z^2 E'_k k(x,y)] dz \quad (\text{V.42})$$

Soit :

$$M_f(x,y) = B\varepsilon_m(x,y) + Dk(x,y)$$

Ceci en introduisant la matrice suivante :

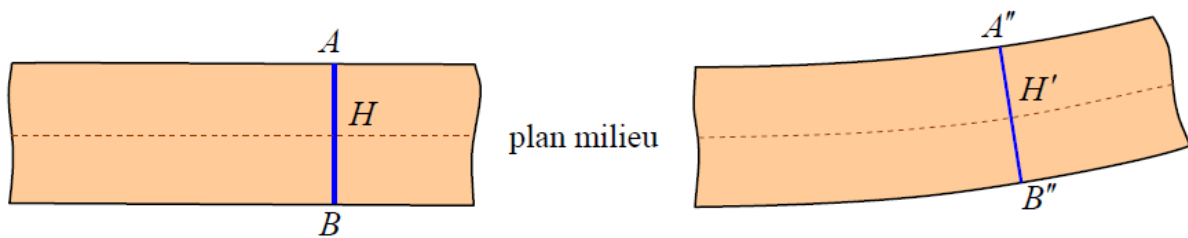
$$D = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n (h_k^3 - h_{k-1}^3) E'_k \quad D = [D_{ij}] : \text{Matrice de rigidité en flexion}$$

### V.3.2.6 La théorie des stratifiés (Avec cisaillement transverse)

#### V.3.2.6.1 Champ des déformations

Le tenseur des déformations en un point M du stratifié est donc :

$$\varepsilon(M) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} & \varepsilon_{yz} & 0 \end{bmatrix} \quad (V.43)$$



**Figure 5.10 :** Déformation dans le cas d'un schéma du 1<sup>er</sup> degré avec cisaillement transverse

Et la matrice comporte 05 composantes non nulles :

$$\varepsilon(M) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} \end{bmatrix} \quad (V.44)$$

$$\varepsilon_{mf}(M) = \varepsilon_m(M) + \varepsilon_f(M)$$

$$\varepsilon_{mf}(M) = \begin{bmatrix} \overset{\circ}{\varepsilon}_{xx} \\ \overset{\circ}{\varepsilon}_{yy} \\ \overset{\circ}{\varepsilon}_{xy} \end{bmatrix} + z \begin{bmatrix} k_x \\ k_y \\ k_{xy} \end{bmatrix} \quad (V.45)$$

Le champ des déformations en cisaillement transverse :

$$\gamma_c(M) = \begin{bmatrix} \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} \end{bmatrix} \quad (V.46)$$

V.3.2.6.2 Champ des contraintes

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \\ \dots \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \end{bmatrix}_k = \begin{bmatrix} E'_{11} & E'_{12} & E'_{16} & \vdots & 0 & 0 \\ E'_{12} & E'_{22} & E'_{26} & \vdots & 0 & 0 \\ E'_{16} & E'_{26} & E'_{66} & \vdots & 0 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & 0 & \vdots & E'_{44} & E'_{45} \\ 0 & 0 & 0 & \vdots & E'_{45} & E'_{55} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{xz} \\ \dots \\ \gamma_{yz}^0 \\ \gamma_{xz}^0 \end{bmatrix}_k \quad (\text{V.47})$$

Le module de cisaillement transversal,

$$G_{TT'} = G_M \left[ 1 + \frac{V_f}{\frac{G_m}{G_f - G_m} + \frac{k_m + \frac{7G_m}{3}}{2k_m + \frac{8G_m}{3}} (1 - V_f)} \right] \quad (\text{V.48})$$

$$k_m = \frac{E_m}{3(1 - 2\nu_m)} \quad (\text{V.49})$$

V.3.2.6.3 Equation constitutive des stratifiés avec cisaillement transverse

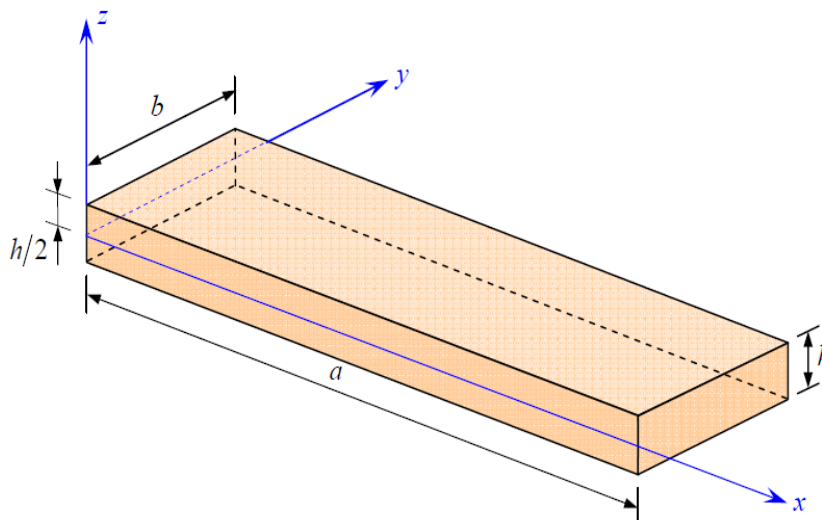
$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \\ Q_y \\ Q_x \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} & B_{11} & B_{12} & B_{16} & 0 & 0 \\ A_{12} & A_{22} & A_{26} & B_{12} & B_{22} & B_{26} & 0 & 0 \\ A_{16} & A_{26} & A_{66} & B_{16} & B_{26} & B_{66} & 0 & 0 \\ B_{11} & B_{12} & B_{16} & D_{11} & D_{12} & D_{16} & 0 & 0 \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} & D_{12} & D_{22} & D_{26} & 0 & 0 \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} & D_{16} & D_{26} & D_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & F_{44} & F_{45} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & F_{45} & F_{55} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^{\circ} \\ \varepsilon_{yy}^{\circ} \\ \gamma_{xy}^{\circ} \\ k_x \\ k_y \\ k_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{xz} \end{bmatrix} \quad (\text{V.50})$$

$$F_{ij} = \sum_{k=1}^n (C'_{ij})_k e_k \quad (\text{V.51})$$

Le calcul de stratifiés dans son ensemble est une opération vaste et varie largement d'un cas à un autre. Pour les besoins de l'étude expérimentale, des essais de flexion trois points ont été menés et l'orientation de la partie calcul de stratifiés prendra naturellement cette direction. Nous allons donc considérer une sollicitation en flexion de nos éprouvettes qui seront prises dans ce cadre la comme des éléments poutres et utiliser les résultats obtenus dans les séquences de calcul.

L'importance de développer une analyse sur le comportement en flexion des poutres est liée d'une part à l'utilisation des poutres comme éléments de base dans la réalisation des structures, et d'autre part à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux stratifiés et des matériaux sandwichs à partir d'essais de flexion réalisés sur des éprouvettes en forme de poutres. La théorie des poutres considère que la longueur  $L$  de la poutre est très supérieure à sa largeur  $b$

Dans cette étude, nous nous intéresserons donc à la flexion des poutres, constituées de stratifiés pour lesquels il y a absence de couplage flexion-membrane. L'axe  $x$  sera choisi suivant la longueur de la poutre et l'épaisseur de la poutre sera notée  $h$ .



**Figure 5.11** : Élément de poutre.

### V.3.3 Considérations en flexion pure

#### V.3.3.1 Expressions générales

Dans le cas d'une flexion pure d'un stratifié symétrique, l'équation constitutive (V.50) se réduit à :

$$\begin{bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} D_{11} & D_{12} & D_{16} \\ D_{12} & D_{22} & D_{26} \\ D_{16} & D_{26} & D_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} K_x \\ K_y \\ K_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.52})$$

Ou  $K_x$ ,  $K_y$  et  $K_{xy}$  sont définis par les relations suivantes

$$K_x = -\frac{\partial^2 \omega_0}{\partial x^2} (x, y); \quad K_y = -\frac{\partial^2 \omega_0}{\partial y^2} (x, y); \quad K_{xy} = -2 \frac{\partial^2 \omega_0}{\partial x \partial y} (x, y) \quad (\text{V.53})$$

L'équation (V.52) peut être écrite sous la forme inverse suivante :

$$\begin{bmatrix} K_x \\ K_y \\ K_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} D_{11}^* & D_{12}^* & D_{16}^* \\ D_{12}^* & D_{22}^* & D_{26}^* \\ D_{16}^* & D_{26}^* & D_{66}^* \end{bmatrix} \begin{bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.54})$$

Ou  $D_{ij}^*$  sont les éléments de la matrice inverse de  $[D_{ij}]$  :

$$\begin{aligned} D_{11}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{22} D_{66} - D_{26}^2); & D_{12}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{16} D_{26} - D_{12} D_{66}), \\ D_{16}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{12} D_{26} - D_{16} D_{22}); & D_{22}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{11} D_{66} - D_{16}^2), \\ D_{26}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{12} D_{16} - D_{26} D_{11}); & D_{66}^* &= \frac{1}{\Delta} (D_{11} D_{22} - D_{12}^2), \end{aligned} \quad (\text{V.55})$$

Et  $\Delta$  est le déterminant de la matrice  $[D_{ij}]$  :

$$\Delta = D_{11} D_{22} D_{66} + 2 D_{12} D_{16} D_{26} - D_{11} D_{26}^2 - D_{22} D_{16}^2 - D_{66} D_{12}^2$$

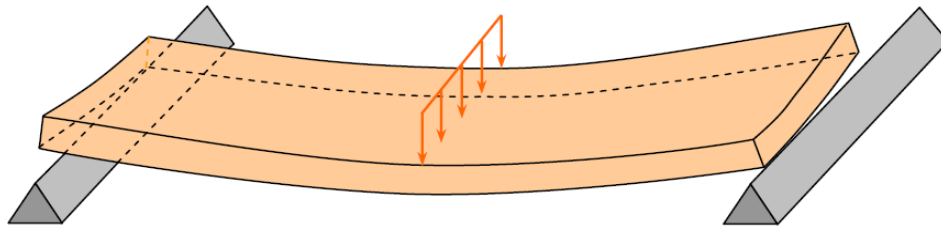
La théorie des poutres fait l'hypothèse que, dans le cas d'une flexion suivant l'axe  $x$ , les moments de flexion et de torsion  $M_y$  et  $M_{xy}$  sont nuls

$$M_y = 0; \quad M_{xy} = 0 \quad (\text{V.56})$$

Les équations (V.53) et (V.54) conduisent à

$$K_x = \frac{\partial^2 \omega_0}{\partial x^2} = D_{11}^* M_x \quad (\text{V.57})$$

Enfin, la théorie des poutres fait l'hypothèse supplémentaire que la flèche n'est fonction que de  $x$  :



**Figure 5.12** : Effet du couplage flexion-torsion dans le cas de la flexion d'une poutre constituée d'un matériau stratifié.

$$\omega_0 = \omega_0(x) \quad (\text{V.58})$$

La plus grande attention doit toutefois être apportée à cette dernière hypothèse. En effet, les équations (V.53) et (V.54) montrent que les courbures  $K_y$  et  $K_{xy}$  sont fonction de  $M_x$  soit :

$$K_y = - \frac{\partial^2 \omega_0}{\partial y^2} = D_{12}^* M_x \quad (\text{V.59})$$

$$K_{xy} = -2 \frac{\partial^2 \omega_0}{\partial x \partial y} = D_{16}^* M_x$$

Ces relations montrent que la flèche  $\omega_0$  dépend a priori de la variable  $y$ . Cet effet est particulièrement important dans le cas d'éprouvettes de flexion de laboratoire, de forme plus proche d'une lame que d'une poutre. Il en résulte que la flexion et la torsion induites par les termes  $D_{12}^*$  et  $D_{16}^*$  dans les équations (V.59) tendent à produire un décollement partiel de la poutre sur ses supports (Figure 5.12) Cet effet est toutefois négligeable dans le cas où le rapport longueur sur largeur ( $L/b$ ) est suffisamment élevé. Dans cette hypothèse (V.56), l'équation (V.58) s'écrit :

$$\frac{d^2\omega_0}{dx^2} = -D_{11}^* M_x \quad (\text{V.60})$$

Il est usuel d'écrire cette équation sous la forme :

$$\frac{d^2\omega_0}{dx^2} = -\frac{M}{E_x I} \quad (\text{V.61})$$

En introduisant :

- le module  $E_x$  de flexion de la poutre :

$$E_x = \frac{12}{h^3 D_{11}^*} \quad (\text{V.62})$$

- Le moment quadratique  $I$  de la section droite de la poutre par rapport au plan  $(x, y)$  :

$$I = I_{xy} = \frac{bh^3}{12} \quad (\text{V.63})$$

- Le moment  $M$  de flexion :

$$M = bM_x \quad (\text{V.64})$$

Ou 
$$\frac{dM_x}{dx} = Q_x \quad (\text{V.65})$$

$$\frac{dM}{dx} = Q \quad (\text{V.66})$$

En posant

$$Q = b Q_x \quad (\text{V.67})$$

Les contraintes dans la couche  $k$  du stratifié s'écrivent :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^k \\ \sigma_{yy}^k \\ \sigma_{xy}^k \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11}^k & Q_{12}^k & Q_{16}^k \\ Q_{12}^k & Q_{22}^k & Q_{26}^k \\ Q_{16}^k & Q_{26}^k & Q_{66}^k \end{bmatrix} \begin{bmatrix} k_x \\ k_y \\ k_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{V.68})$$

En notant, pour simplifier,  $Q_{ij}^k$  les coefficients de rigidité  $Q'_{ij}$  de la couche  $k$  rapportés aux axes de la plaque. D'où :

$$\sigma_{xx}^k = z (Q_{11}^k D_{11}^* + Q_{12}^k D_{12}^* + Q_{16}^k D_{16}^*) M_x$$

$$\sigma_{yy}^k = z (Q_{12}^k D_{11}^* + Q_{22}^k D_{12}^* + Q_{26}^k D_{16}^*) M_x \quad (\text{V.69})$$

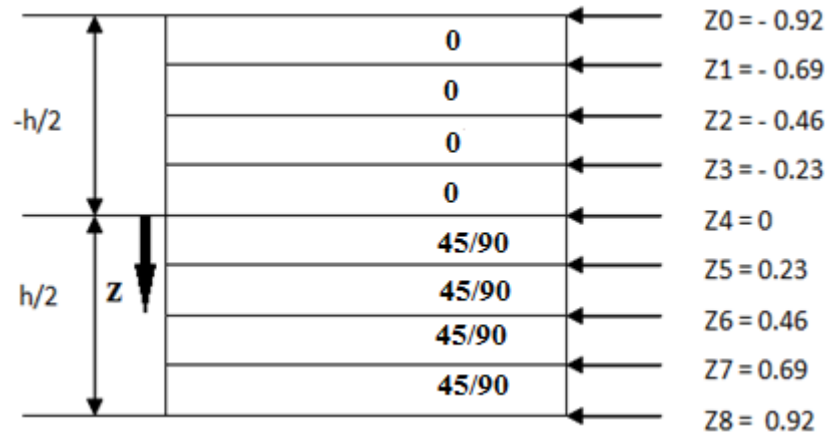
$$\sigma_{xy}^k = z (Q_{16}^k D_{11}^* + Q_{26}^k D_{12}^* + Q_{66}^k D_{16}^*) M_x$$

### V.3.4 Application de la théorie des stratifiés aux matériaux utilisés

Cette partie consiste en l'application de la théorie des stratifiés aux matériaux utilisés dans le cadre de l'étude expérimentale. Notre démarche consistera à rechercher les contraintes au niveau des couches des stratifiés utilisés afin de voir la résistance de chacune d'entre elles dans un premier temps. Notre étude portant sur le vieillissement de ces matériaux là, nous allons suivre la même procédure pour déterminer les contraintes au niveau des couches des matériaux vieillis, afin de détecter d'éventuels changements entre la résistance des couches à l'état vierge et à l'état vieillis. Deux matériaux seront impliqués dans l'étude en question, chaque matériau présente deux stratifications [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>].

On aura en tout, pas moins de quatre configurations : carbone/époxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>], carbone/époxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>], fibre de verre E/vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] et fibre de verre E/vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>]. La théorie des stratifiés sera appliquée sur chaque matériau séparément.

Certaines données ont été prises tel qu'elles sont trouvées dans la théorie (caractéristiques mécaniques des composants), d'autres ont été fournies par la notice et d'autres seront injectées par la suite, elles seront déterminées par les essais de caractérisation en flexion trois points.



**Figure 5.13** : Schéma de l'architecture des matériaux utilisés

La partie calcul de stratifié prend ainsi toute son importance, les calculs ont été faits pour la plupart à l'aide du logiciel « MATLAB ».

⇒ **Application de la théorie des stratifiés aux matériaux vierges**

❖ Carbone/époxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

La procédure de calcul étant la même, ne sera détaillée que dans cette première configuration, pour les autres configurations, seuls les résultats seront fournis.

Les caractéristiques des composants sont :

$$E_f = 240 \text{ Gpa} ; \quad \nu_f = 0.3 ; \quad E_m = 10.2 \text{ Gpa} ; \quad \nu_m = 0.35 ; \quad V_f = 0.44$$

Calcul des caractéristiques du composite suivant ses différentes directions

$$E_1 = E_f + V_f E_m (1 - V_f) = 111.31 \text{ Gpa}$$

$$\frac{1}{E_2} = \frac{V_f}{E_f} + \frac{1 - V_f}{E_m} \implies E_2 = \frac{E_f * E_m}{V_f E_m + (1 - V_f) * E_f} = 17.62 \text{ Gpa}$$

$$\nu_{12} = \nu_f V_f + \nu_m (1 - V_f) = 0.328 \quad \text{Avec : } V_f = \frac{1}{[1 + \frac{\rho_f}{\rho_m} (\frac{1}{P_f} - 1)]} \quad [33].$$

$$\frac{E_1}{\nu_{12}} = \frac{E_2}{\nu_{21}} \implies \nu_{21} = \frac{E_2 \nu_{12}}{E_1} = 0.0519$$

Calcul de la matrice de rigidité a  $0^\circ$

$$Q_{11} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} = 113.24 ; \quad Q_{12} = \frac{\nu_{12} E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} = 5.88$$

$$Q_{22} = \frac{E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} = 17.93 ; \quad Q_{66} = G_{12} = ?$$

$$\frac{1}{G_{12}} = \frac{\nu_f}{G_f} + \frac{1 - \nu_f}{G_m} ; \quad \left. \begin{array}{l} G_f = \frac{E_f}{2(1 + \nu_f)} = 92.31 \text{ Gpa} \\ G_m = \frac{E_m}{2(1 + \nu_m)} = 3.78 \text{ Gpa} \end{array} \right\} \implies G_{12} = 6.53$$

$$[Q]^{0^\circ} = \begin{bmatrix} 113.24 & 5.88 & 0 \\ 5.88 & 17.93 & 0 \\ 0 & 0 & 6.54 \end{bmatrix} \text{ Gpa} \implies \text{Matrice de rigidité pour les plis a } 0^\circ$$

L'aboutissement aux matrices de rigidité pour les autres plis orientés avec des angles différents de  $0^\circ$  se fait par le biais de la matrice de passage suivante

$$[P] = \begin{bmatrix} C^4 & 2 * S^2 * C^2 & 4 * S^2 * C^2 & S^4 \\ S * C^3 & S^3 * C - S * C^3 & 2 * (S^3 * C - S * C^3) & -S * C^3 \\ S^2 * C^2 & C^4 + S^4 & -4 * S^2 * C^2 & S^2 * C^2 \\ S^2 * C^2 & -2 * S^2 * C^2 & C^4 + S^4 - 2 * S^2 * C^2 & S^2 * C^2 \\ S^3 * C & S * C^3 - S^3 C & 2 * (S * C^3 - S^3 * C) & -S * C^3 \\ S^4 & 2 * S^2 * C^2 & 4 * S^2 * C^2 & C^4 \end{bmatrix}$$

Avec :  $C = \cos \theta$  et  $S = \sin \theta$

Pour cette séquence, nous aurons besoin de la matrice de rigidité du pli à  $90^\circ$  qu'on obtiendra en multipliant la matrice de rigidité a  $0^\circ$  par la matrice de passage ci-dessus en remplaçant  $\theta$  par  $90$ , on obtient le résultat suivant

$$[Q]^{90^\circ} = \begin{bmatrix} 17.93 & 5.88 & 0 \\ 5.88 & 113.24 & 0 \\ 0 & 0 & 6.54 \end{bmatrix} \text{ Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité des plis à } 90^\circ$$

Ensuite, il sera demandé de calculer la matrice de rigidité du stratifié entier, elle sera sous cette forme :

$$[ABD] = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} & B_{11} & B_{12} & B_{16} \\ A_{12} & A_{22} & A_{26} & B_{12} & B_{22} & B_{26} \\ A_{16} & A_{26} & A_{66} & B_{16} & B_{26} & B_{66} \\ B_{11} & B_{12} & B_{16} & D_{11} & D_{12} & D_{16} \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} & D_{12} & D_{22} & D_{26} \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} & D_{16} & D_{26} & D_{66} \end{bmatrix} \quad \text{Matrice de rigidité du stratifié}$$

Son calcul se fera en calculant les sous matrices :  $A_{ij}$ ,  $B_{ij}$  et  $D_{ij}$  comme suit :

$$A = \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) Q_k$$

$$B = \sum_{k=0}^n \frac{1}{2} (h_k^2 - h_{k-1}^2) Q_k$$

$$D = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n (h_k^3 - h_{k-1}^3) Q_k$$

La signification de ces matrices étant citée auparavant dans ce chapitre.

L'application des lois à cette séquence donne :

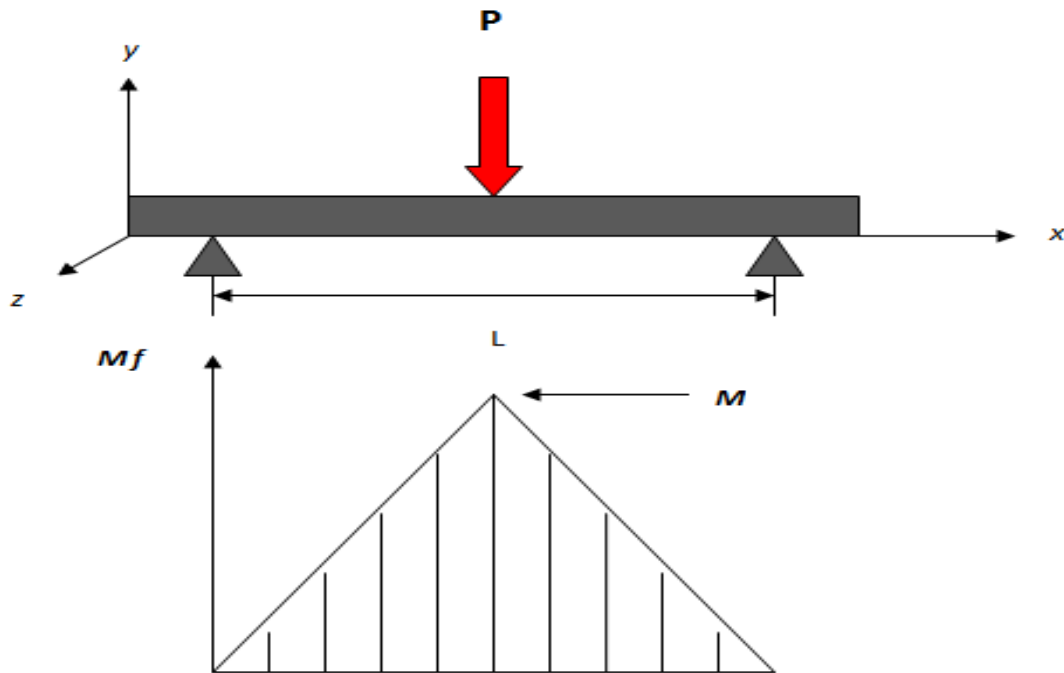
$$[A] = \begin{bmatrix} 1.4429 & 0.1294 & 0 \\ 0.1294 & 1.2068 & 0 \\ 0 & 0 & 0.1438 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N/mm}$$

$$[B] = \begin{bmatrix} -0.5766 & 0 & 0 \\ 0 & 0.5766 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N}$$

$$[D] = \begin{bmatrix} 0.5820 & 0.0522 & 0 \\ 0.0522 & 0.5820 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0580 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N.mm}$$

La contrainte imposée est la flexion trois points, seule la matrice [D] est utilisée, le reste s'annule. Dans ce cas pratique, seul  $M_x$  sera calculé,  $M_y = 0$  et  $M_{xy} = 0$ .

Calcul de  $M_x$



**Figure 5.14 :** Moment fléchissant maximal en flexion trois points.

M Sera déterminé par un simple calcul d'RDM, la force étant appliquée au milieu, sa répartition est symétrique :

$$M = \frac{P}{2} * \frac{L}{2} \quad (V.70)$$

$P = 29.9 \text{ N}$  (Moyenne des échantillons testés dans le domaine élastique)

$L = 80 \text{ mm}$  (Longueur entre appuis)

$b = 10 \text{ mm}$  (Largeur standard pour toutes les éprouvettes lors de la découpe)

$$M_x = \frac{M}{b} = 59.8 \text{ N}$$

En utilisant la relation :  $\{M\} = [D] \{K\} \implies \{K\} = [D]^{-1} \{M\}$ , on obtient le résultat suivant :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.0010 \\ -0.0001 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$\{K\}$  représente les courbures de la poutre

Pour trouver les contraintes au niveau des couches du stratifié, on applique l'équation (V.68), on aura dans ce cas :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 116.76 \\ 4.43 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \Rightarrow \text{Contraintes dans les couches a } 0^\circ$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 18.028 \\ -4.427 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \Rightarrow \text{Contraintes dans les couches a } 90^\circ$$

❖ Carbone/époxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

Les propriétés mécaniques étant les mêmes que pour la configuration précédente, sauf pour  $V_f = 0.47$ .

La matrice de rigidité a 0°

$$[Q]^{0^\circ} = \begin{bmatrix} 120.22 & 6.16 & 0 \\ 6.16 & 18.86 & 0 \\ 0 & 0 & 6.88 \end{bmatrix} \text{Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité pour les plis a } 0^\circ$$

Par la même procédure que la configuration précédente, on obtient la matrice de rigidité à 45°

$$[Q]^{45^\circ} = \begin{bmatrix} 44.72 & 30.97 & 25.34 \\ 30.97 & 47.26 & 25.34 \\ 25.34 & 25.34 & 33.54 \end{bmatrix} \text{Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité a } 45^\circ$$

Calcul de la matrice de rigidité globale du matériau

$$[A] = \begin{bmatrix} 1.8342 & 0.4129 & 0.2818 \\ 0.4129 & 0.7071 & 0.2818 \\ 0.2818 & 0.2818 & 0.4289 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N/mm}$$

$$[B] = \begin{bmatrix} -0.4667 & 0.1534 & 0.1567 \\ 0.1534 & 0.1599 & 0.1567 \\ 0.1567 & 0.1567 & 0.1534 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N}$$

$$[D] = \begin{bmatrix} 0.7560 & 0.1702 & 0.1161 \\ 0.1702 & 0.2915 & 0.1161 \\ 0.1161 & 0.1161 & 0.1768 \end{bmatrix} * 10^5 \text{ N.mm}$$

$$P = 44.82 \text{ N} \quad \Rightarrow \quad M_x = 89.64 \text{ N}$$

$$L = 80 \text{ mm}$$

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00140 \\ -0.00061 \\ -0.00052 \end{pmatrix} \text{ mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 164.94 \\ -2.91 \\ -3.574 \end{pmatrix} \text{ MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 30.636 \\ 2.907 \\ 3.574 \end{pmatrix} \text{ MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

Les propriétés mécaniques des composants :

$$E_f = 72 \text{ Gpa} ; \quad \nu_f = 0.22 ; \quad E_m = 3.5 \text{ Gpa} ; \quad \nu_m = 0.3 ; \quad V_f = 0.47$$

La matrice de rigidité a 0°

$$[Q]^{0^\circ} = \begin{bmatrix} 36.13 & 1.68 & 0 \\ 1.68 & 6.41 & 0 \\ 0 & 0 & 2.44 \end{bmatrix} \text{ Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité a } 0^\circ$$

De la même manière que pour les configurations précédentes, on aboutit a la matrice de rigidité à 90°

$$[Q]^{90^\circ} = \begin{bmatrix} 6.41 & 1.68 & 0 \\ 1.68 & 36.13 & 0 \\ 0 & 0 & 2.44 \end{bmatrix} \text{ Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité a } 90^\circ$$

Calcul de la matrice de rigidité globale du matériau

$$[A] = \begin{bmatrix} 5.3437 & 0.4225 & 0 \\ 0.4225 & 5.3437 & 0 \\ 0 & 0 & 0.6132 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N/mm}$$

$$[B] = \begin{bmatrix} -2.3448 & 0 & 0 \\ 0 & 2.3448 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N}$$

$$[D] = \begin{bmatrix} 2.81 & 0.2221 & 0 \\ 0.2221 & 2.81 & 0 \\ 0 & 0 & 0.3225 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N.mm}$$

$$P = 25.12 \text{ N} \quad \Rightarrow \quad M_x = 37.68 \text{ N}$$

$$L = 60 \text{ mm}$$

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00135 \\ -0.00011 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 48.582 \\ 1.585 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 8.469 \\ -1.585 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

Les propriétés mécaniques étant les mêmes que pour la configuration précédente mis appart  
Vf = 0.45

$$[Q]^{0^\circ} = \begin{bmatrix} 34.76 & 1.64 & 0 \\ 1.64 & 6.2 & 0 \\ 0 & 0 & 2.36 \end{bmatrix} \text{Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité a } 0^\circ$$

$$[Q]^{45^\circ} = \begin{bmatrix} 13.42 & 8.7 & 7.14 \\ 8.7 & 14.69 & 7.14 \\ 7.14 & 7.14 & 9.42 \end{bmatrix} \text{Gpa} \Rightarrow \text{Matrice de rigidité a } 45^\circ$$

Calcul de la matrice de rigidité globale du matériau

$$[A] = \begin{bmatrix} 6.13 & 1.3144 & 0.9082 \\ 1.3144 & 2.4948 & 0.9082 \\ 0.9082 & 0.9082 & 1.4984 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N/mm}$$

$$[B] = \begin{bmatrix} -1.7265 & 0.5712 & 0.5776 \\ 0.5712 & 0.335 & 0.5776 \\ 0.5776 & 0.5776 & 0.5712 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N}$$

$$[D] = \begin{bmatrix} 3.3048 & 0.7089 & 0.4898 \\ 0.7089 & 1.3455 & 0.4898 \\ 0.4898 & 0.4898 & 0.8081 \end{bmatrix} * 10^4 \text{ N.mm}$$

$$P = 27.72 \text{ N} \quad \Rightarrow \quad M_x = 41.58 \text{ N}$$

$$L = 60 \text{ mm}$$

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.0015 \\ -0.0006 \\ -0.0005 \end{pmatrix} \text{ mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 49.84 \\ -1.167 \\ -1.268 \end{pmatrix} \text{ MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 10.77 \\ 1.167 \\ 1.268 \end{pmatrix} \text{ MPa}$$

Pour ce qui est des matériaux vieillis, seules les courbures et les contraintes dans les couches seront présentées, la procédure de calcul étant toujours la même.

⇒ **Application de la théorie des stratifiés aux matériaux vieillis en eau déminéralisée**

❖ Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{\mathbf{K}\} = \begin{pmatrix} 0.00057 \\ -0.00005 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 64.661 \\ 2.452 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 9.984 \\ -2.452 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{\mathbf{K}\} = \begin{pmatrix} 0.00078 \\ -0.00034 \\ -0.00029 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 91.160 \\ -1.607 \\ -1.976 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 16.932 \\ 1.6067 \\ 1.976 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00091 \\ -0.00007 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 32.884 \\ 1.073 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 5.732 \\ -1.073 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00101 \\ -0.00040 \\ -0.00037 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 34.317 \\ -0.804 \\ -0.873 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 7.416 \\ 0.8035 \\ 0.8734 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

⇒ **Application de la théorie des stratifiés aux matériaux vieillis en eau de mer**

❖ Carbone/Epoxy [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00046 \\ -0.00004 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 51.605 \\ 1.957 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 7.968 \\ -1.957 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Carbone/Epoxy [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00048 \\ -0.00021 \\ -0.00018 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 56.825 \\ -1.0016 \\ -1.232 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 10.555 \\ 1.002 \\ 1.232 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [90<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00092 \\ -0.0007 \\ 0 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 33.025 \\ 1.073 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{90} \\ \sigma_{yy}^{90} \\ \sigma_{xy}^{90} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 5.757 \\ -1.078 \\ 0 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

❖ Verre E/Vinylester [45<sub>4</sub>/0<sub>4</sub>] :

$$\{K\} = \begin{pmatrix} 0.00134 \\ -0.00053 \\ -0.00049 \end{pmatrix} \text{mm}^{-1}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^0 \\ \sigma_{yy}^0 \\ \sigma_{xy}^0 \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 45.813 \\ -1.073 \\ -1.166 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^{45} \\ \sigma_{yy}^{45} \\ \sigma_{xy}^{45} \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} 9.899 \\ 1.073 \\ 1.166 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

**V.3.5 Effet du vieillissement sur la résistance des couches**

A partir des résultats obtenus, nous pouvons remarquer l'impact néfaste qu'a eu le vieillissement hygrothermique sur les matériaux qui ont fait l'objet de cette étude, la résistance des couches a connu des abattements à l'image du matériau dans sa globalité. Nous allons dans ce cas, présenter un récapitulatif de la résistance des couches stratifiés dans les différents environnements afin de constater les abattements qu'ont connu ces matériaux la sous contrainte de vieillissement hygrothermique.

Matériau	Architecture	Contrainte	Vierge (MPa)	Eau distillée (baisse%)	Eau de mer (baisse%)
Carbone/Epoxy	[90 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^0$	116.76	- 44.62 %	- 55.80 %
		$\sigma_{yy}^0$	4.43	- 44.65 %	- 55.82 %
		$\sigma_{xy}^0$	0	0	0
	[90 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^{90}$	18.028	- 44.62 %	- 55.80 %
		$\sigma_{yy}^{90}$	-4.427	- 44.61 %	- 56.27 %
		$\sigma_{xy}^{90}$	0	0	0
Carbone/Epoxy	[45 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^0$	164.94	- 44.73 %	- 65.55 %
		$\sigma_{yy}^0$	-2.91	- 44.77 %	- 65.43 %
		$\sigma_{xy}^0$	-3.574	- 44.71 %	- 65.43 %
	[45 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^{45}$	30.636	- 44.73 %	- 65.56 %
		$\sigma_{yy}^{45}$	2.91	- 44.73 %	- 65.53 %
		$\sigma_{xy}^{45}$	3.574	- 44.71 %	- 65.53 %

**Tableau 5.1 :** Effet du vieillissement a 40 °C, sur le matériau Carbone/Epoxy

Matériau	Architecture	Contrainte	Vierge (MPa)	Eau distillée (baisse%)	Eau de mer (baisse%)
Verre E/Vinylester	[90 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^0$	48.582	- 32.31 %	- 32.02 %
		$\sigma_{yy}^0$	1.585	-32.30 %	- 31.98 %
		$\sigma_{xy}^0$	0	0	0
	[90 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^{90}$	8.468	- 32.31 %	- 32.01 %
		$\sigma_{yy}^{90}$	-1.585	- 32.30 %	- 31.98 %
		$\sigma_{xy}^{90}$	0	0	0
Verre E/Vinylester	[45 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^0$	49.84	- 31.14 %	- 8.08 %
		$\sigma_{yy}^0$	-1.167	- 31.11 %	- 8.05 %
		$\sigma_{xy}^0$	-1.268	- 31.15 %	- 8.04 %
	[45 <sub>4</sub> / 0 <sub>4</sub> ]	$\sigma_{xx}^{45}$	10.77	- 31.14 %	- 8.09 %
		$\sigma_{yy}^{45}$	1.167	- 31.11 %	- 8.05 %
		$\sigma_{xy}^{45}$	1.268	- 31.15 %	- 8.04 %

**Tableau 5.2 :** Effet du vieillissement a 40 °C, sur le matériau Verre E/Vinylester

En superposant les résultats obtenus (Tableau 5.1 et Tableau 5.2), nous pouvons constater les abattements de la résistance des couches stratifiées pour les matériaux exposés en eau de mer et eau déminéralisée relativement aux matériaux vierges. Certaines informations ont pu être confirmées, comme la meilleure résistance des matériaux  $[45_4/0_4]$  relativement aux  $[90_4/0_4]$  comme ce fut le cas au cours des essais, on en déduit aussi que le composite Carbone/Epoxy a été plus affecté par l'eau de mer que l'eau distillée contrairement au composite Verre E/Vinylester pour lequel les couches ont connues un plus grand abattement de la résistance en eau distillée.

#### V.4 Conclusion

L'utilisation de la théorie des stratifiés nous a permis de calculer les contraintes au niveau des couches, à partir des résultats que nous avons obtenus, on peut déduire notamment l'impact négatif du vieillissement hygrothermique sur les C.M.O, une baisse importante des propriétés qu'on retrouve même au niveau des couches.



*Conclusion et  
perspectives*

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des matériaux composites carbone/époxy et fibre de verre E/vinylester

Une étude théorique nous a permis de présenter :

- Les différents mécanismes de vieillissement des matériaux composites.
- Les différents types de diffusion probables dans un matériau composite au contact d'un solvant et les processus qui les engendrent.
- La méthodologie d'étude du vieillissement d'un matériau composite.
- L'effet du vieillissement sur les propriétés mécanique des matériaux composites.
- L'effet de l'orientation du renfort sur le vieillissement des matériaux composites.
- L'effet du séchage après vieillissement hygrothermique sur le vieillissement des matériaux composites.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent que dans un composite, la diffusion n'est fickienne qu'en partie et qu'après un certain temps de vieillissement, le comportement devient instable et cela est dû à des dégradations irréversibles des matériaux.

Ces phénomènes de dégradation pourraient être à l'origine de la perte de résistance et de rigidité recensés lors de la caractérisation en flexion des matériaux vieillis à 40°C.

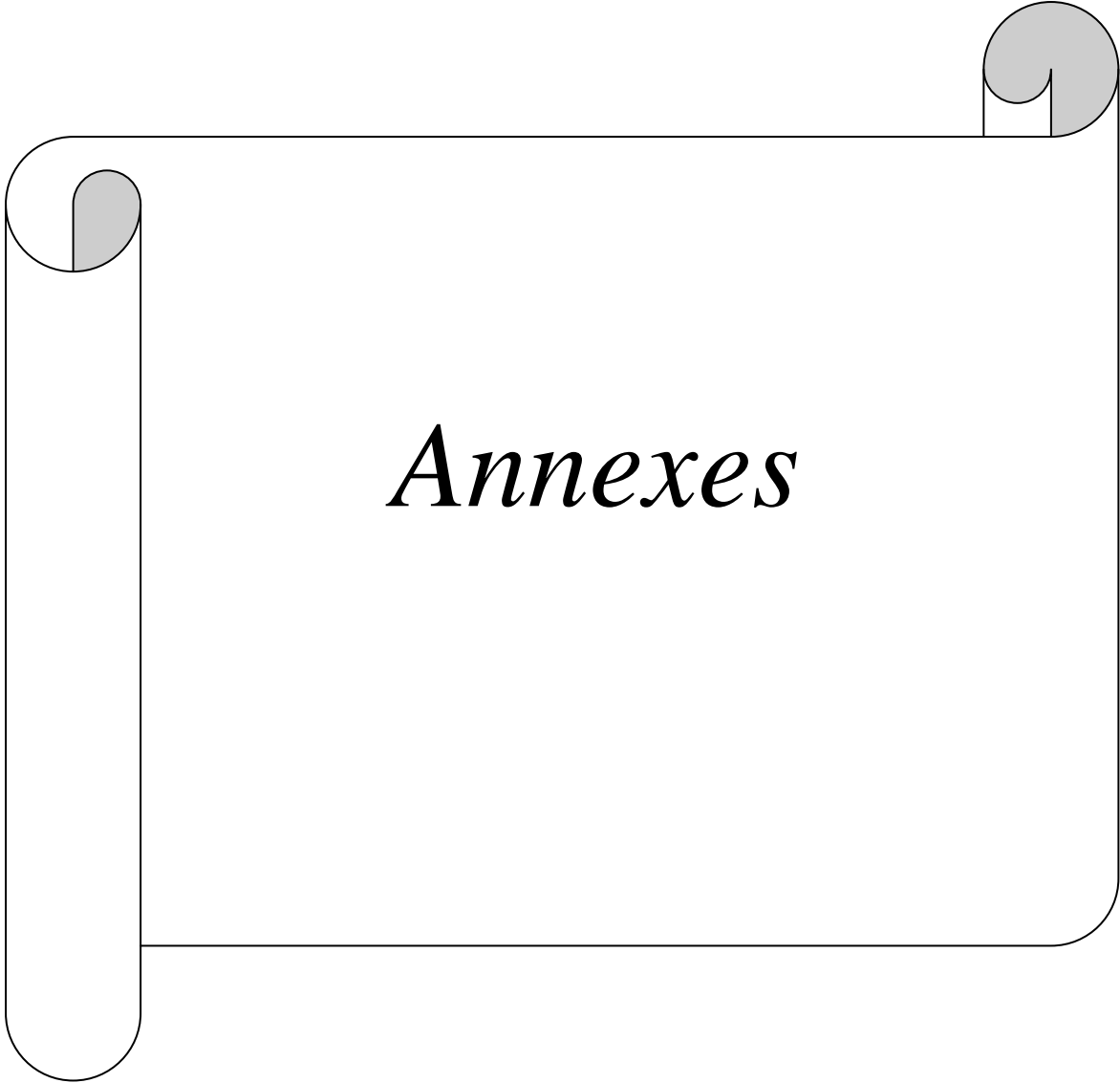
Les matériaux ont fait preuve d'une plus grande stabilité lors du vieillissement à température ambiante ce qui prouve que la température joue un rôle important dans le processus d'absorption.

Nous avons toujours observé une différence du taux d'absorption entre les différentes stratifications de deux mêmes matériaux, mais la cinétique d'absorption demeure la même.

Enfin, nous avons utilisé le logiciel 'MATLAB' pour l'application de la théorie des stratifiés pour les matériaux étudiés dans le but de déterminer les contraintes au niveau des couches stratifiées et faire une comparaison entre les matériaux vierges et vieillis, cela nous a permis de retrouver les abattement de la résistance au niveau des couches stratifiées.

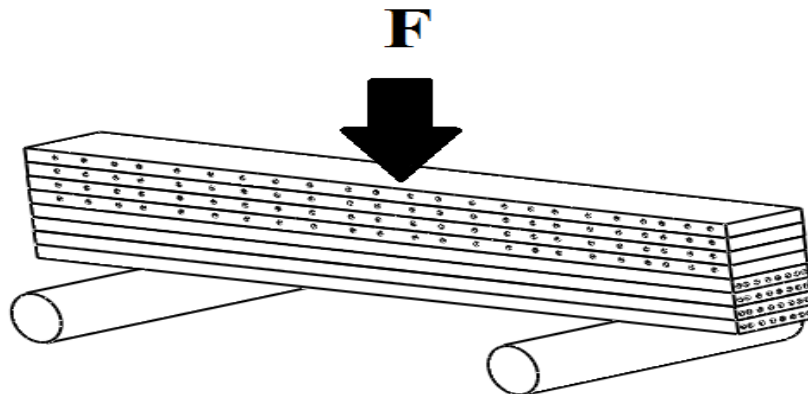
En perspectives, nous pensons qu'il serait intéressant d'envisager un travail complémentaire qui traitera :

- Une caractérisation chimique très poussée afin de déterminer l'évolution réelle du matériau au contact du solvant (analyse chimique de l'eau).
- Utiliser un appareil d'analyse thermique DMTA, afin de déterminer la température de transition vitreuse et l'impact du vieillissement hygrothermique sur cette dernière.
- Une prise en compte des paramètres pouvant influencer sur le vieillissement en milieu marin tels que la présence d'oxygène, les rayonnements UV, ... .
- Etude du comportement dynamique du matériau vieilli
- Utiliser un appareil d'émission acoustique afin de déterminer la nature des endommagements lors des essais mécaniques.



*Annexes*

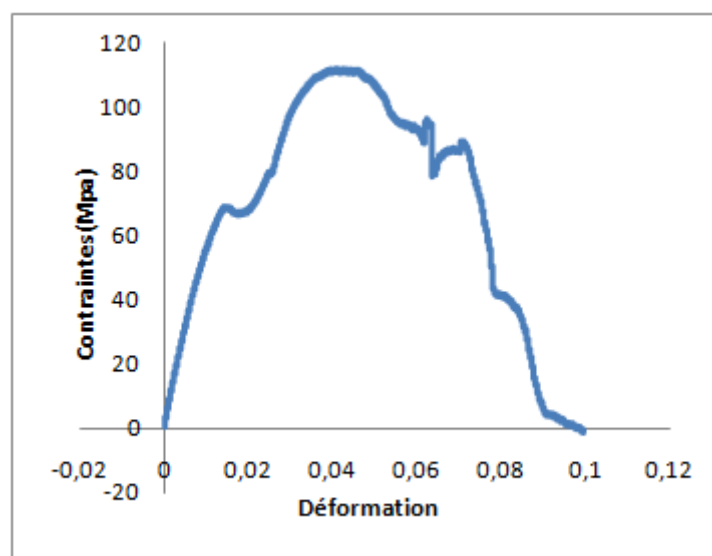
### ANNEXE 1: Résultats des essais de flexion avec la partie à 0° sur les pannes



- Verre E/Vinylester
- Verre E/Vinylester [0/0/0/0/90/90/90/90]

Le détail des dimensions des échantillons et les résultats de la flexion sont donnés dans le tableau ci-dessous :

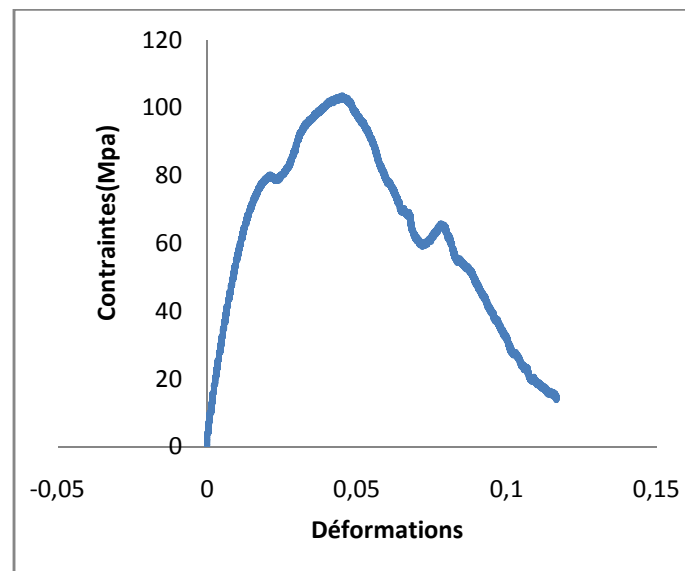
Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	$F_{\max}$ (N)	$\sigma_{\max}$ (Mpa)	$D_{\max}$	$E_{\text{flexion}}$ (Mpa)	$\varepsilon_{\max}$
SV1	94.35	10.31	2.54	82.72	111.92	23.5	5317	0.0994
SV2	90.02	11.24	2.63	91.42	116.16	16.3	4965	0.0714
SV3	93.86	10.23	2.53	69.58	95.63	19.2	5175	0.0809
Moyenne	92.74	10.775	2.566	81.24	107.90	19.66	5152.33	0.0839



- Verre E/Vinylester [0/0/0/0/45/45/45/45]

Le détail des dimensions des échantillons et les résultats de la flexion sont donnés dans le tableau ci-dessous :

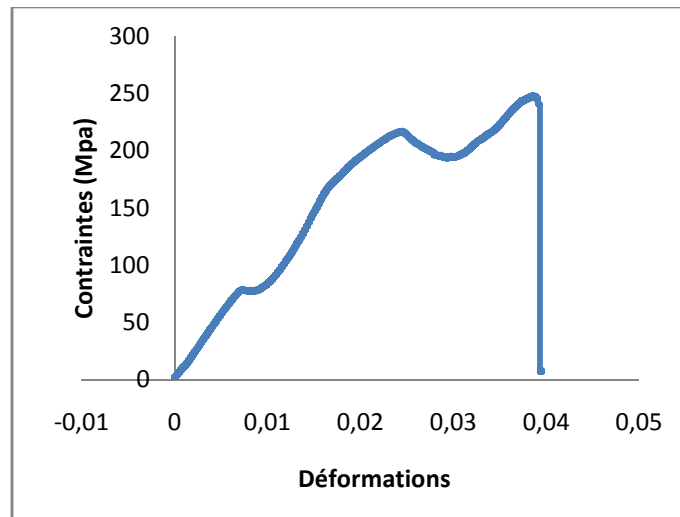
Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
SV4	94.28	10.31	2.61	83.42	103.68	27.5	5115	0.119
SV5	94.62	11.24	2.57	80.44	105.49	22.7	5053	0.0972
SV6	94.52	10.23	2.63	76.75	97.61	25.2	5061	0.1104
Moyenne	94.47	10.775	2.603	80.203	102.26	25.13	5076.33	0.1088



➤ Carbone/Epoxy

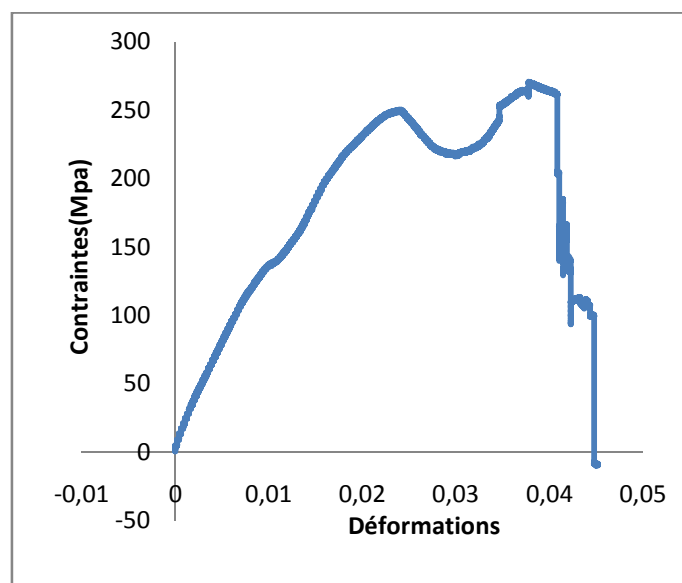
- Carbone/Epoxy [0/0/0/0/90/90/90/90]

Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>max</sub> (Mpa)	D <sub>max</sub>	E <sub>flexion</sub> (Mpa)	ε <sub>max</sub>
SC1	94.41	10.45	2.22	114.38	266.51	19	11999	0.0395
SC2	94.12	11.19	2.22	114.38	248.88	19	11206	0.0395
SC3	95.5	10.29	2.23	103.5	242.71	17	11888	0.0355
Moyenne	94.676	10.82	2.223	110.753	252.7	18.333	11697.66	0.0382



- Carbone/Epoxy [0/0/0/0/45/45/45/45]

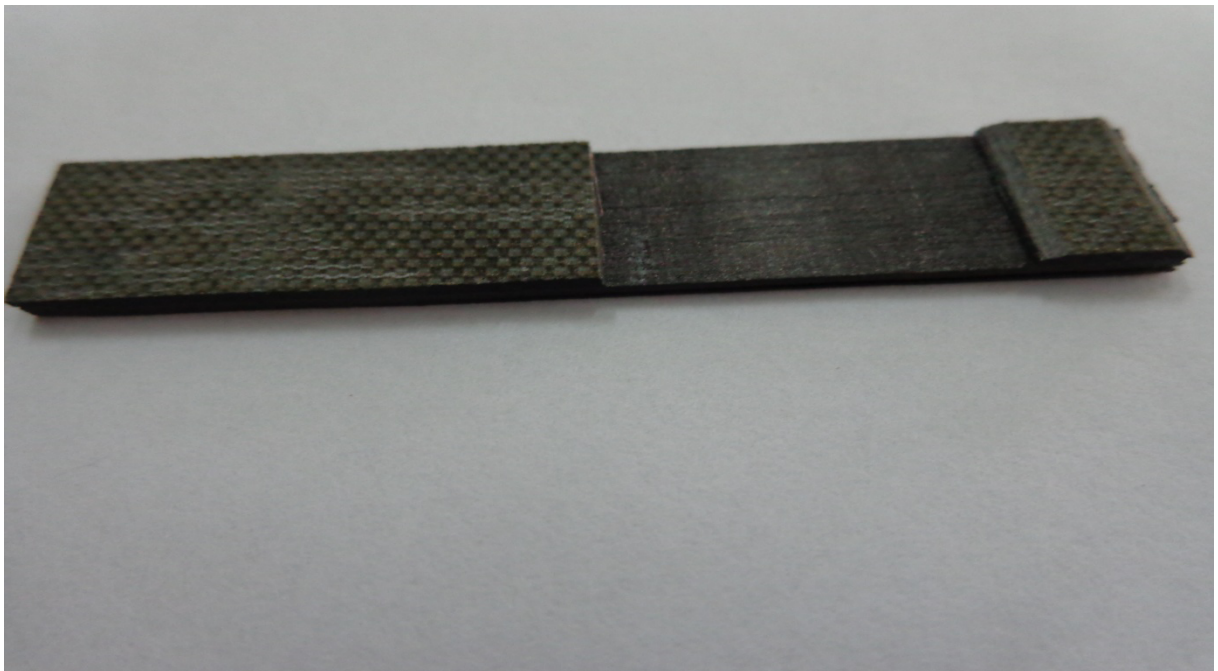
Echantillon	L(mm)	b (mm)	h (mm)	$F_{\max}$ (N)	$\sigma_{\max}$ (Mpa)	$D_{\max}$	$E_{\text{flexion}}$ (Mpa)	$\varepsilon_{\max}$
SC1	93.27	10.53	2.20	114.97	270.70	21.9	13959	0.0452
SC2	93.75	10.52	2.27	114.63	253.75	21	12638	0.0447
SC3	93.92	10.66	2.23	112.96	255.70	20.5	12676	0.0429
Moyenne	93.64	10.52	2.23	14.18	260.05	21.33	13091	0.0442



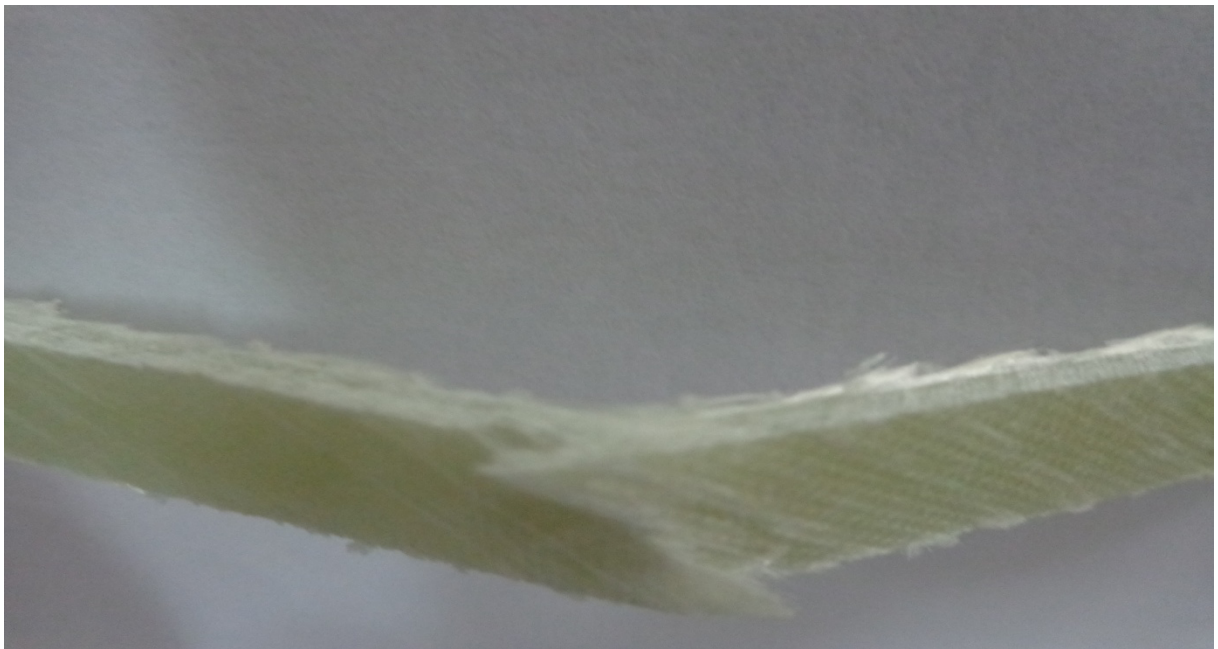
**ANNEXE 2** : Rupture du carbone/époxy (0/45)



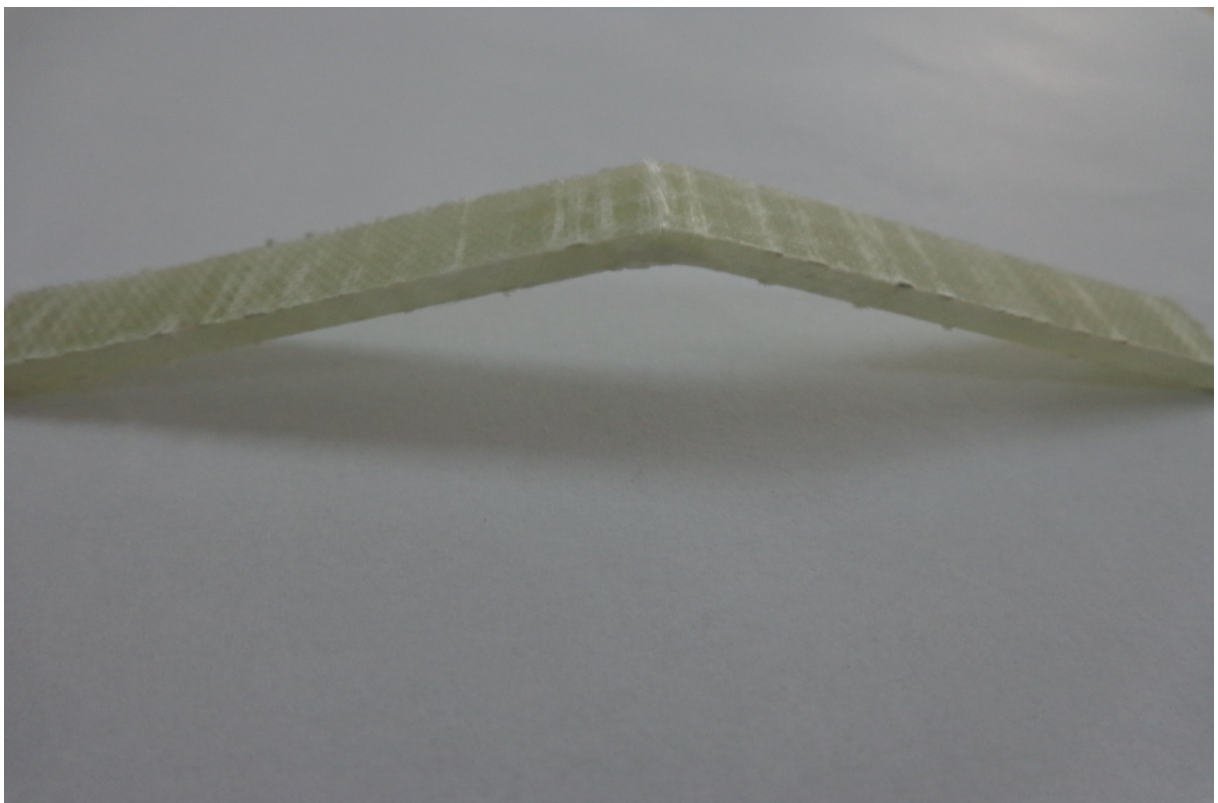
**ANNEXE 3** : Rupture du carbone/époxy (0/90)



**ANNEXE 4** : Rupture du verre E/vinylester (0/45)



**ANNEXE 5** : Rupture du verre E/vinylester (0/90)



**ANNEXE 6 : Essai de flexion (dispositif complet)****ANNEXE 7 : Résultats donnés par le programme (calcul de stratifiés) ex : CE 0/90**

E1 =

111312

E2 =

1.7626e+004

NU12 =

0.3280

NU21 =

0.0519

Gf =

9.2308e+004

Gm =

3.7778e+003

Q66 =

6.5359e+003

ABD =

1.0e+005 \*

1.4429	0.1294	0	-0.5766	0	0
0.1294	1.4429	0	0	0.5766	0
0	0	0.1438	0	0	-0.0000
-0.5766	0	0	0.5820	0.0522	0
0	0.5766	0	0.0522	0.5820	0
0	0	-0.0000	0	0	0.0580

ABDInverse =

1.0e-003 \*

0.0116	-0.0010	0	0.0115	-0.0000	0
-0.0010	0.0116	0	0	-0.0115	0
0	0	0.0695	0	0	0.0000
0.0115	0	0	0.0288	-0.0026	0
-0.0000	-0.0115	0	-0.0026	0.0288	0
0	0	0.0000	0	0	0.1724

Mx =

598

D =

1.0e+004 \*

5.8197	0.5219	0
0.5219	5.8197	0
0	0	0.5799

K =

0.0104
-0.0009
0

Qzero =

1.0e+005 \*

1.1324	0.0588	0
0.0588	0.1793	0
0	0	0.0654

Qquatrevingt dix =

1.0e+005 \*

0.1793	0.0588	0
0.0588	1.1324	0
0	0	0.0654

SIGMAzero =

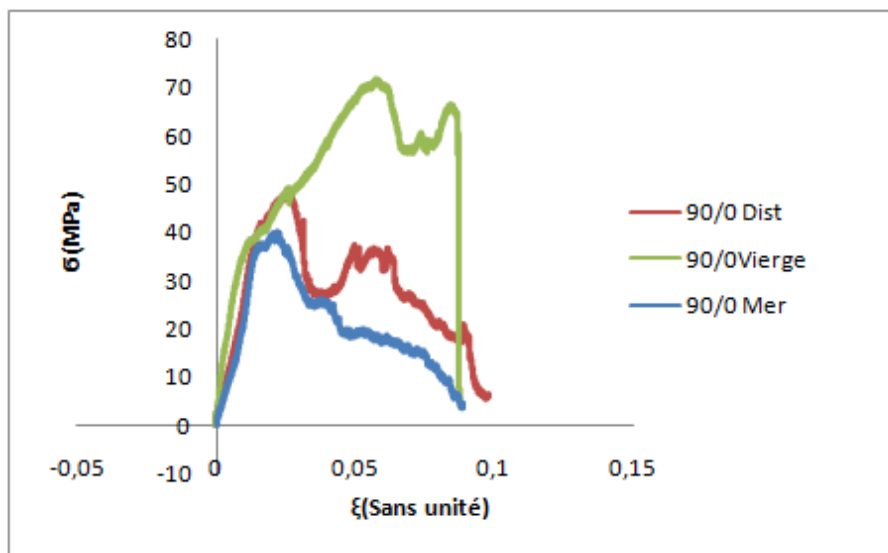
1.0e+003 \*

1.1676
0.0443
0

SIGMAquatrevingt dix =

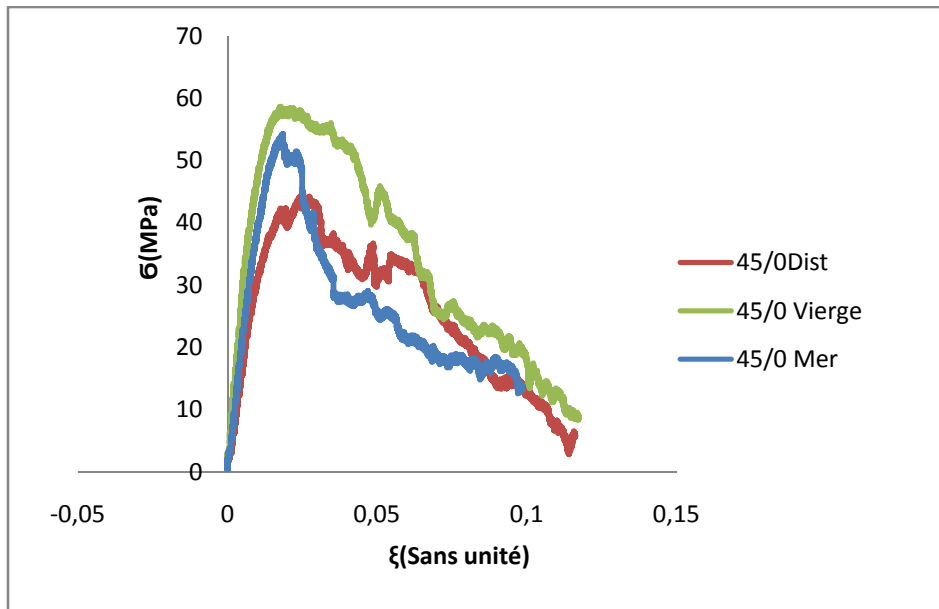
180.2818
-44.2678
0

## ANNEXE 8 : Comparaison des courbes (vierges et vieillis)

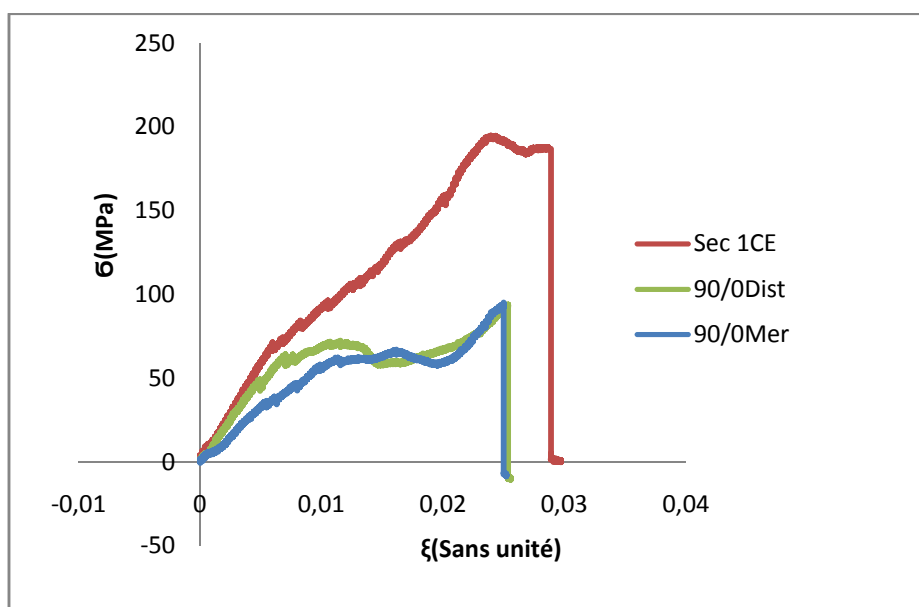


Le comportement du verre/vinylester (0/90) en flexion trois points présente une partie purement élastique au tout début de la sollicitation, une reprise importante est enregistrée pour le vierge et elle est bien moins importante pour les matériaux vieillis, cette reprise est due

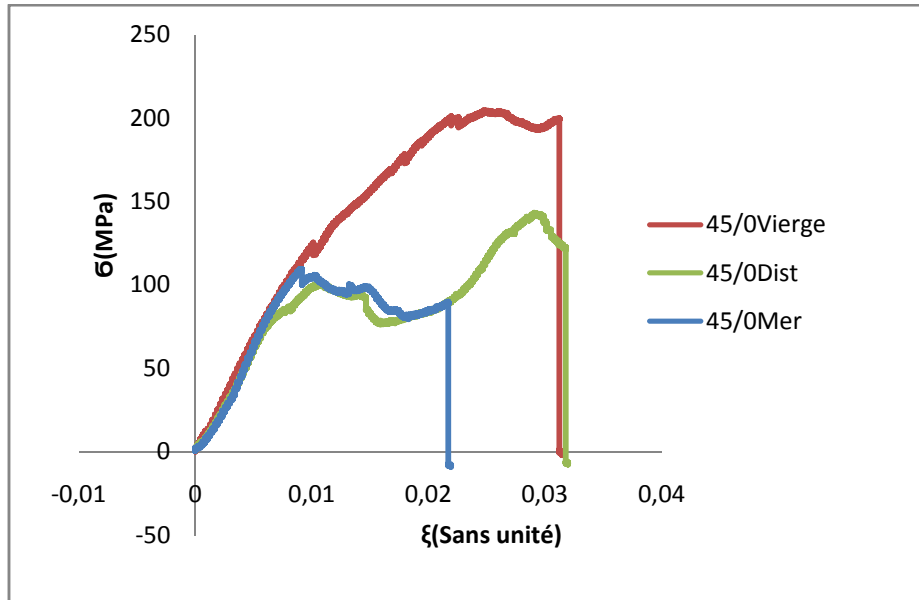
certainement a la résistance des couches intermédiaires qui résistèrent a leur tour une fois que les couches les plus sollicitées rompent, s'ensuit d'une rupture plus ou moins fragile pour le vierge et ductile pour les matériaux vieillis, une plus grande ductilité pour les matériaux vieillis en eau distillée, ce qui pourrait justifier une plus grande déformation à la rupture.



Pour le verre E/vinylester (0/45), on retrouve une plus grande partie élastique et une plus grande ductilité comparativement au (0/90), les matériaux ont subi un révére moindre par rapport au vierge et relativement au (0/90) surtout pour l'eau de mer qui n'a connu qu'une faible baisse sous vieillissement.



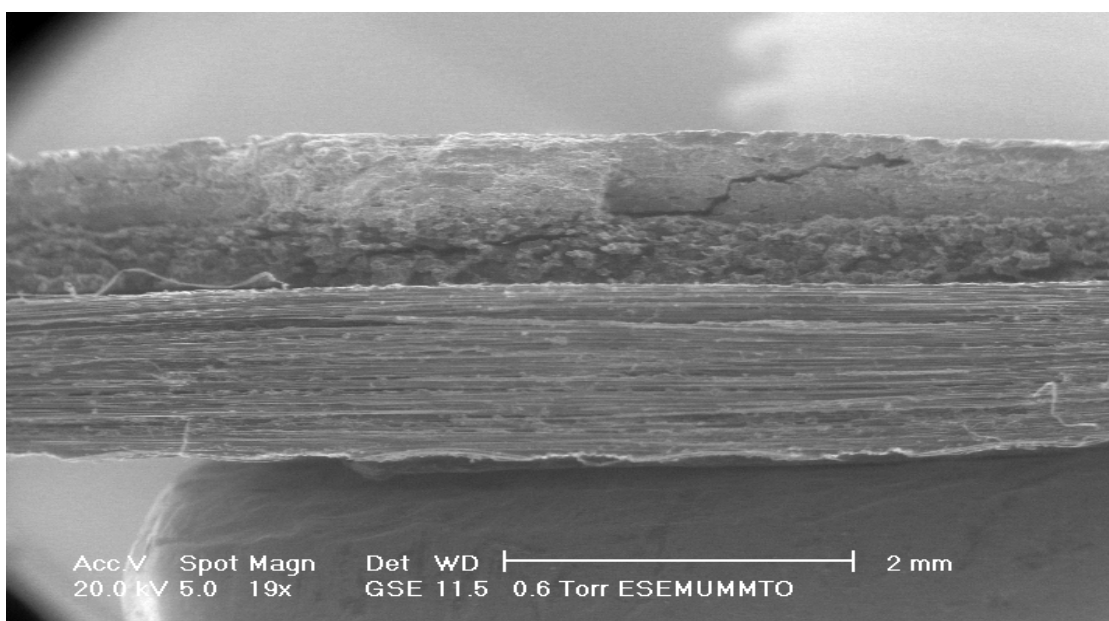
Pour le carbone/époxy (0/90), il en résulte une partie élastique, suivie d'un palier presque linéaire attestant de la déformation élastique des couches intermédiaire, s'en suit d'une rupture fragile, les matériaux exposés en eau distillée et eau de mer connaissent quasiment les mêmes abattements.

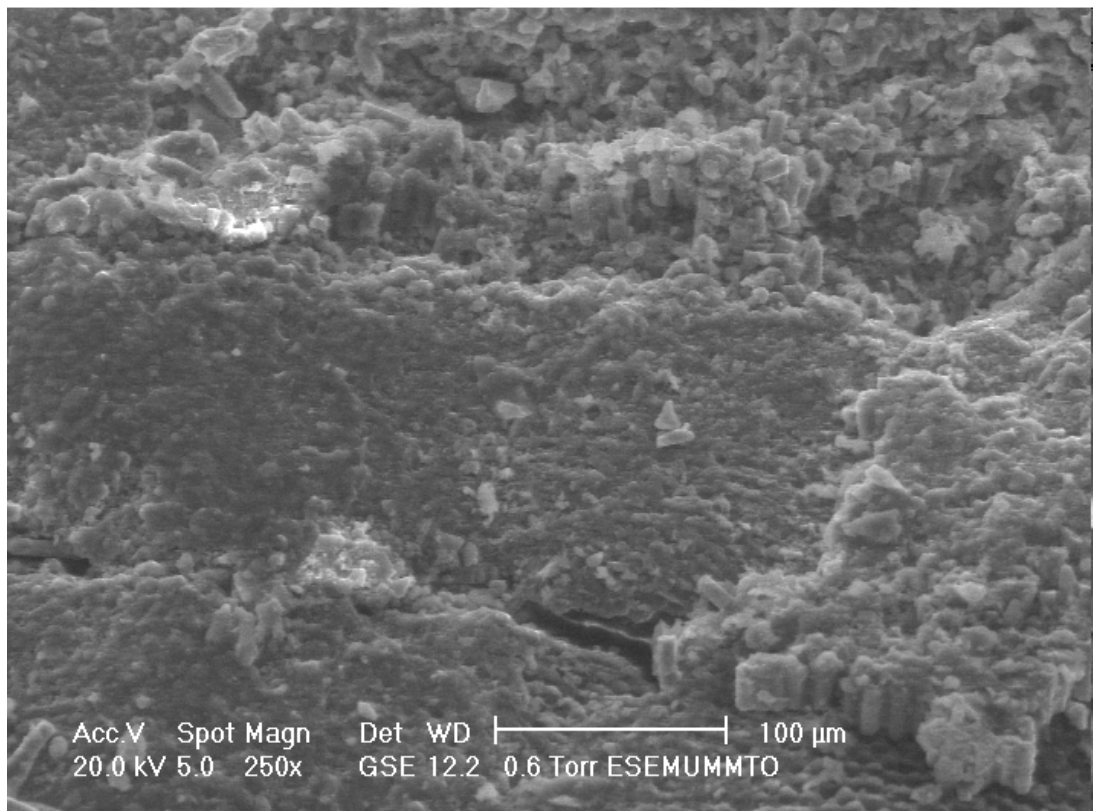
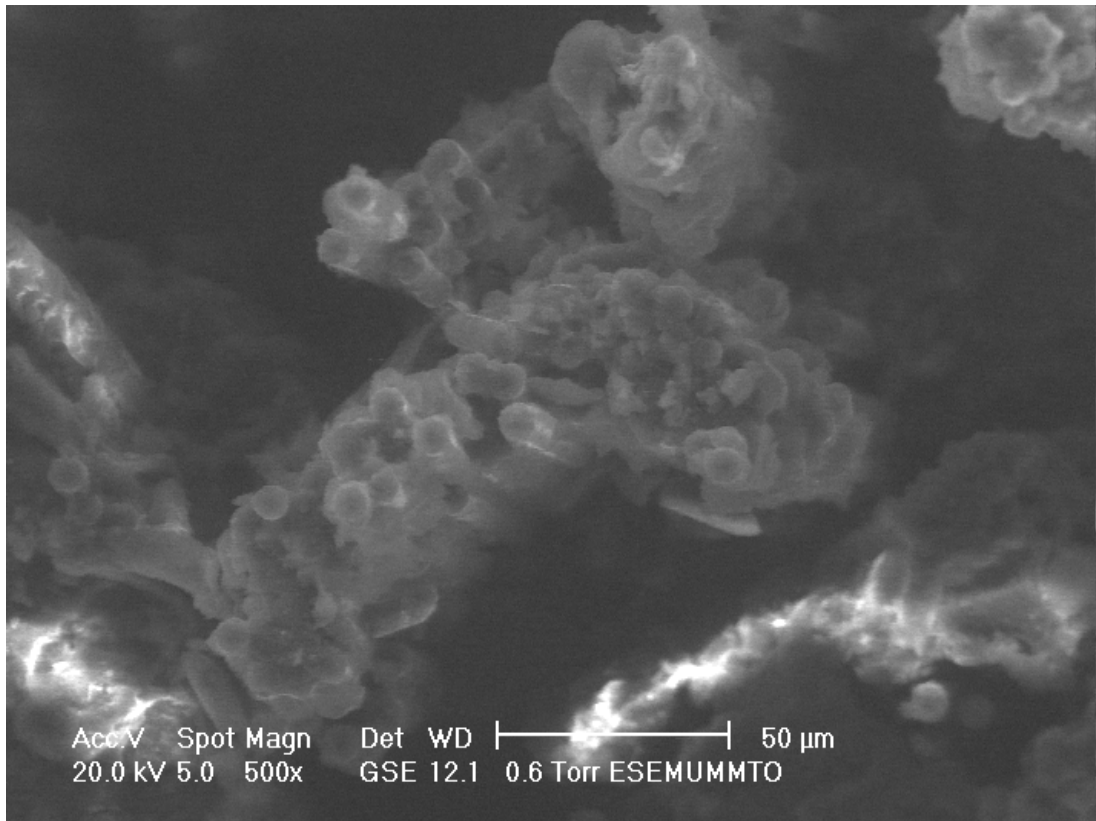


Pour le carbone/époxy (0/45), le comportement ne diffère pas beaucoup du (0/90). Néanmoins, une reprise importante fut recensée pour le matériau exposé en eau distillée.

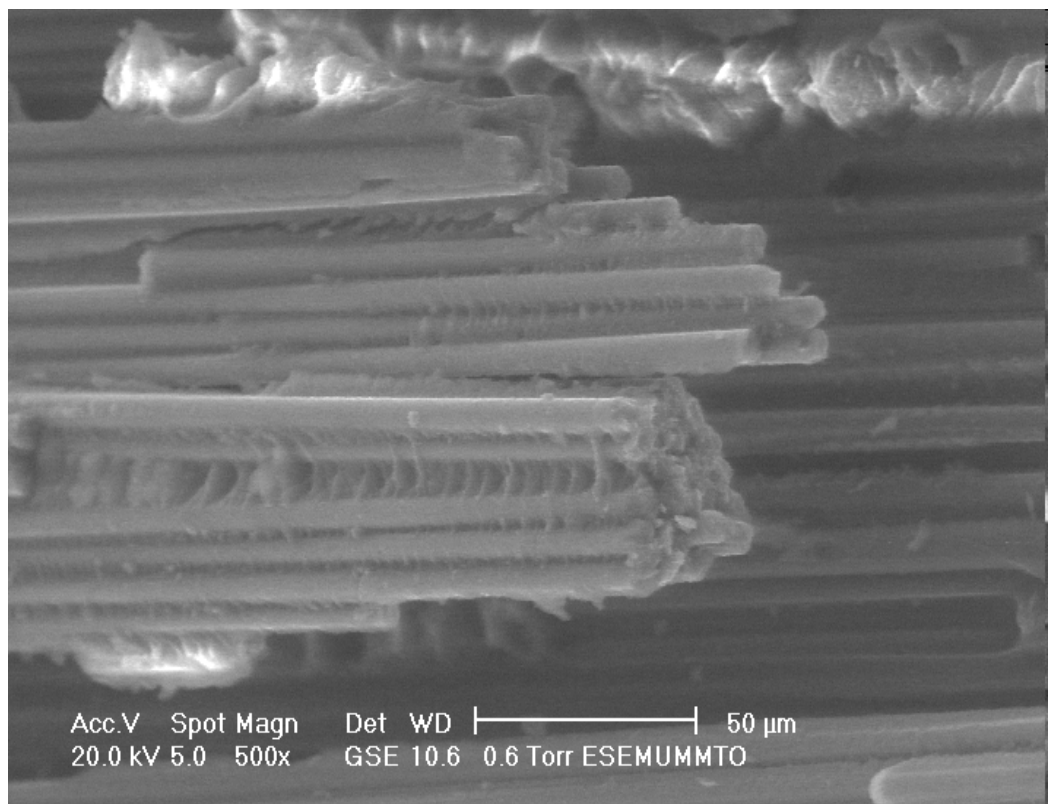
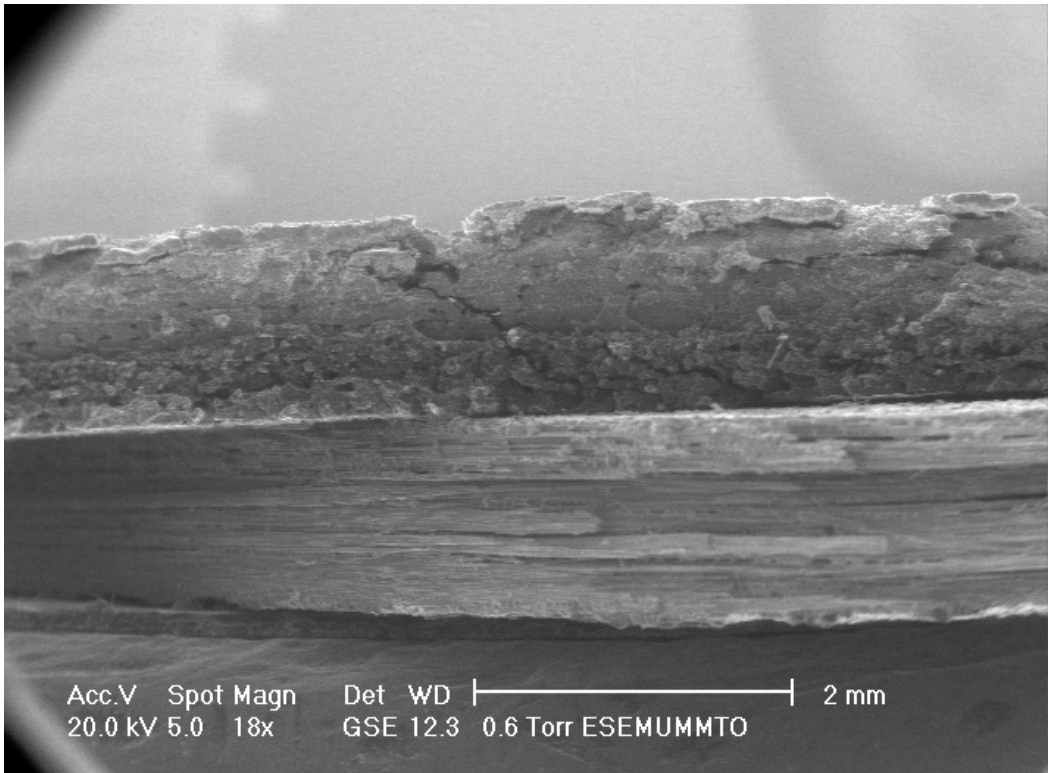
## ANNEXE 9 : Résultats de l'observation des faciès de rupture pas MEB (vierges)

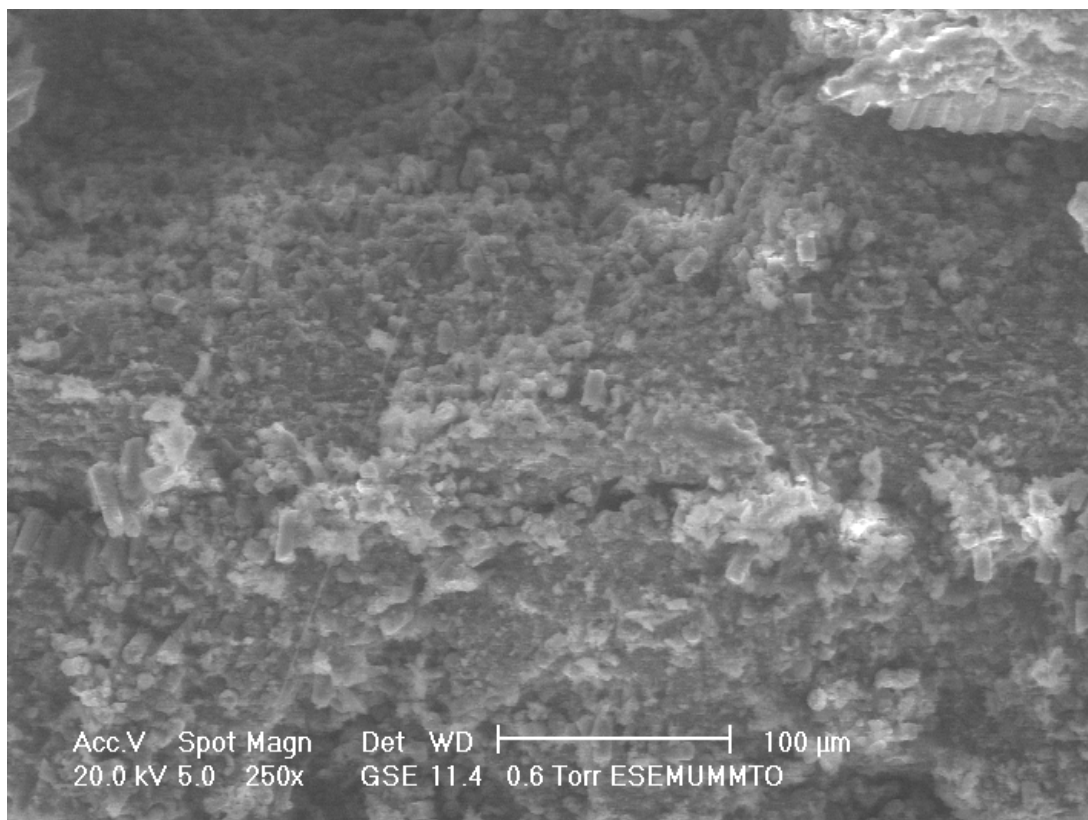
- Carbone/Epoxy (90/0)



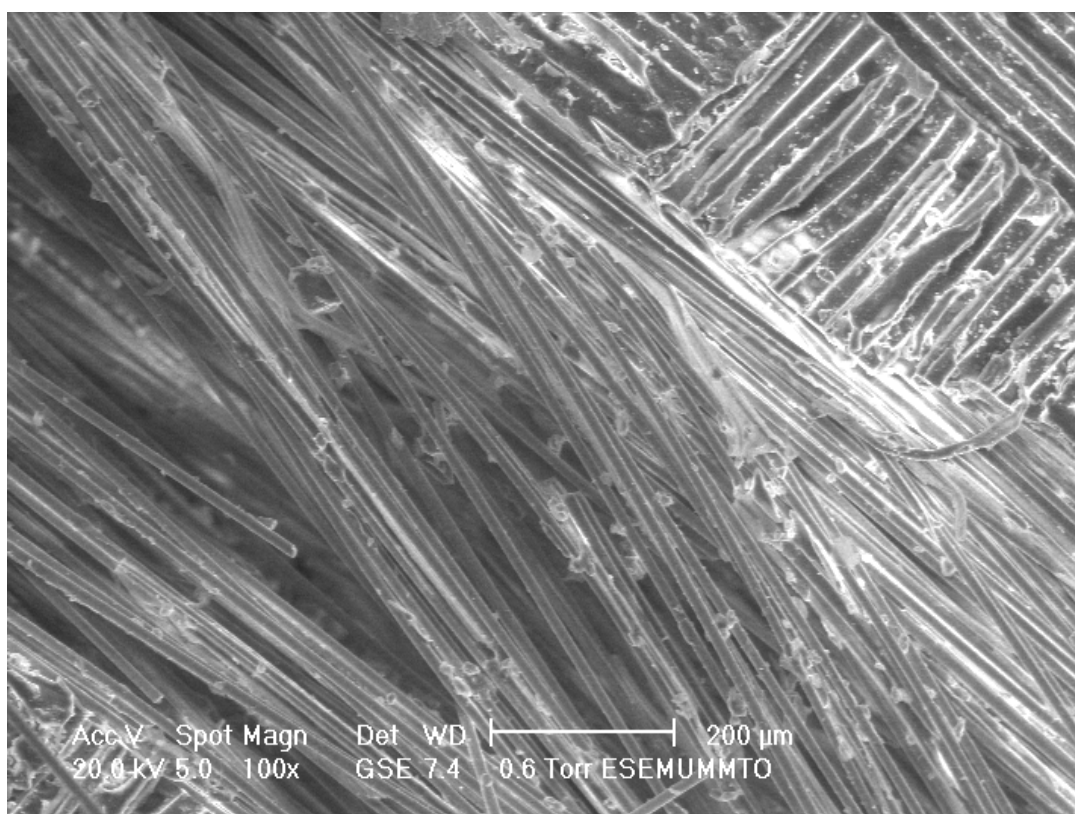


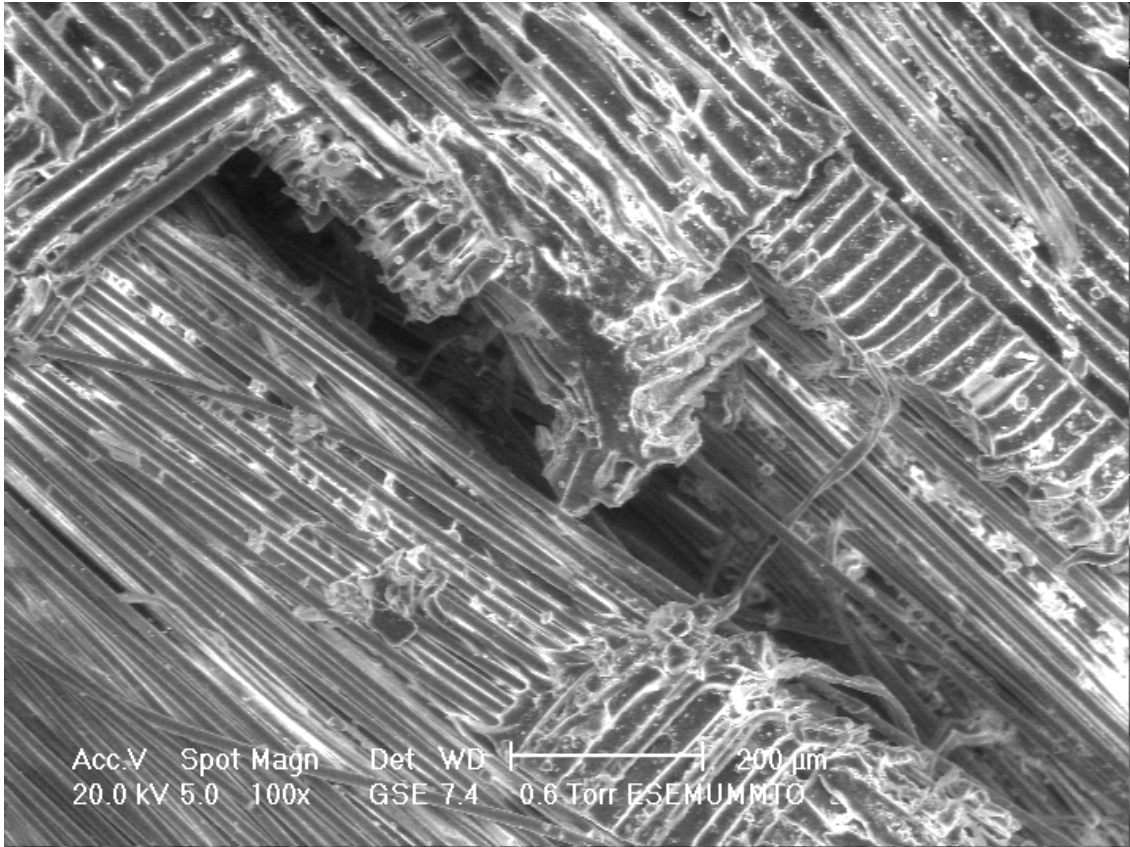
- Carbone/Epoxy (45/0)



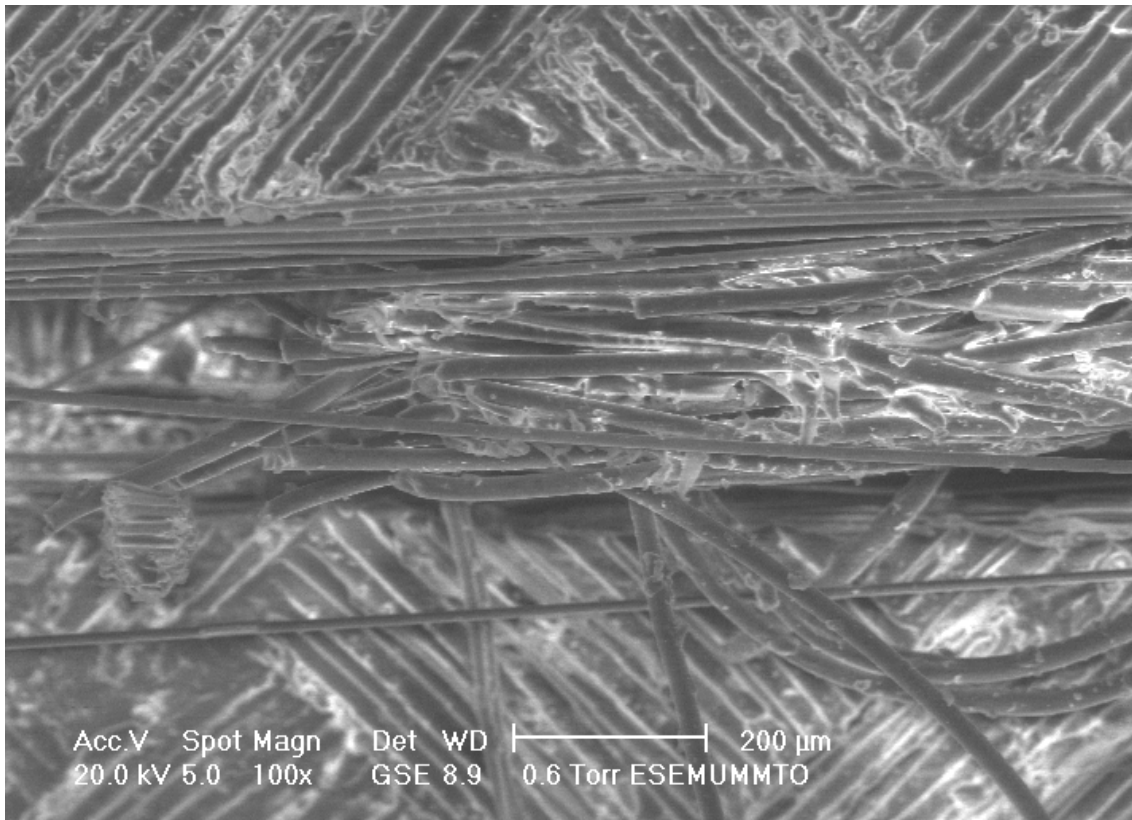


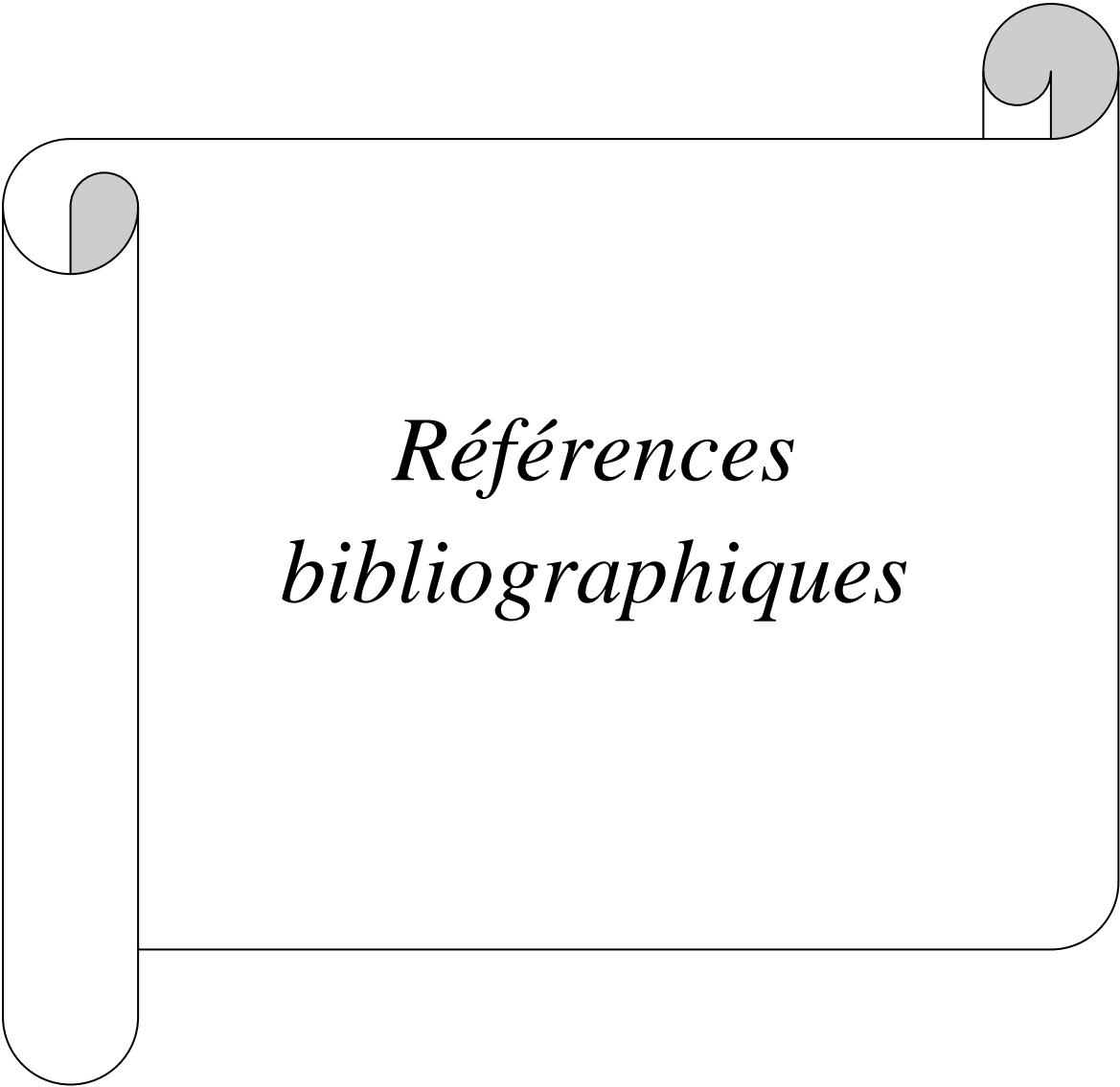
- Verre E/Vinylester (90/0)





- Verre E/Vinylester (45/0)





*Références  
bibliographiques*

- [1] Yohann LEDRU : « Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques ». Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse 2009.
- [2] Groupe JEC : ‘L'industrie mondiale des composites : structure, tendances et innovation’. Article 7114, Techniques de l’ingénieur.
- [3] Maurice REYNE : ‘Composites. Aspects économiques’ Article techniques de l’ingénieur (am5002).
- [4] Nicolas PICCIRELLI, Alain GIOCOSSA : ‘Les composites dans l’industrie automobile’. Article (am 5600) Techniques de l’ingénieur.
- [5] Nadia BAHLOULI : Cours Matériaux Composites / DESS Mécanique avancée et Stratégie industrielle, IPS Toulouse-ULP.
- [6] Laurent GORNET : Généralités sur les matériaux composites. Notes de cours, Ecole Centrale de Nantes(ECN) 28/09/2008.
- [7] Jean-Marie BERTHELOT : 3ème édition ‘Mécanique des matériaux et structures composites’. Technique & Documentation (1999).
- [8] François BERBAIN, Alain CHEVALIER : Mise en œuvre des composites- Méthodes et matériels, article (a 3720) Technique de l’ingénieur.
- [9] Bruno MORTAIGNE : Vieillissement des composites - Mécanismes et méthodologie d’étude, article (am 5320) Technique de l’ingénieur.
- [10] J. GUTIERREZ, F. LE LAY, P. HOARAU : « Etude du vieillissement de composites verre résine polymère en milieu marin » La construction navale en composites. Paris, 7-9 décembre 1992 IF'REMER, Actes de colloques n° 15, communication n° 3
- [11] “Le vieillissement des polymères”. Laboratoire d’essais et d’évaluation en environnement, Centre d’animation régional en matériaux avancés (carma), Glossaire. Décembre 2003.
- [12] Khedoudja LAOUBI: « Etude du vieillissement d’un matériau composite en verre/polyester insaturé utilisé dans la fabrication des bateaux de pêche et de plaisance ». Mémoire de magister .UMB Boumerdes 2009.
- [13] J. MERCIER : “Prise en compte du vieillissement et de l’endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites. Thèse de doctorat. Ecole des mines de Paris, 2006.

- [14] Y. PERROT : “Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène”. Thèse de doctorat. Université Bretagne sud, 2006.
- [15] J. LEBEL. "Etude des effets de l'humidité sur les composites recouverts de gelcoat". Mémoire de maîtrise ES Sciences appliquées, Ecole polytechnique de Montréal, Septembre 1999.
- [16] A.M. VISCO, N. CAMPO, and P. CIANCIAFARA: ‘Comparison of seawater absorption properties of thermoset resins based composites’ Composite Part A. 2010
- [17] A. KOOTSOOKOS, A.P. MOURITZ: ‘Seawater durability of glass- and carbon-polymer composites’ Composites Science and Technology 64 (2004) 1503–1511.
- [18] N. BOUCHONNEAU : “Etude du comportement des systèmes d’isolation thermique pour les grands profondeurs d’eau” ; Thèse de doctorat IFP Paris, 2007.
- [19] L. Roy XU, Arun KRISHNAN, Haibin NING and Uday VAIDYA: ‘A seawater tank approach to evaluate the dynamic failure and durability of E-glass/vinylester marine composites’ .Composites: Part B. 2011.
- [20] A. ZAFAR, F. BERTOCCO, J. SCHJØDT-THOMSEN, J.C. RAUHE: “Investigation of the long term effects of moisture on carbon fibre and epoxy matrix composites” Composites Science and Technology. 2012.
- [21] A.P. MOURITZ: “Environmental durability of z-pinned carbon fibre-epoxy laminate exposed to water “Composites Science and Technology. 2012.
- [22] Saud ALDAJAH, Ghydaa ALAWSI, and Safaa ABDUL RAHMAAN: “Impact of sea and tap water exposure on the durability of GFRP laminates” Materials and Design. 2008.
- [23] Gregor HUG : ‘Analyse du comportement de stratifiés carbone/époxy sous sollicitation rapide. Elaboration par électrothermie diélectrique d’un même matériau pour comparaison’. Thèse de doctorat. ENSAM, Paris 2006.
- [24] Patricia KRAWCZAK : « Essais des plastiques renforcés ». Article (am5405) Techniques de l’ingénieur.
- [25] Silvain POPINEAU : ‘Durabilité en milieu humide d’assemblages structuraux colles type aluminium/composite’ Thèse de doctorat. Ecole des mines de Paris 2005.

- [26] G. CAMINO, A.Ya. POLISHCHUK, M. P. LUDA, M. REVELLINO, R. BLANCONC & J. J. MARTINEZ-VEGA: 'Water ageing of SMC composite materials: a tool for material characterisation' PII: S0141-3910(97)00129-8. 1998.
- [27] B. DEWIMILLE and A.R. BUNSELL: 'Accelerated ageing of a glass fibre reinforced epoxy resin in water' 0010-4361/83/010035-06 © 1983 Butterworth & Co (Publishers).
- [28] J.R.M. D'ALMEIDA: 'Effects of distilled water and saline solution on the interlaminar shear strength of an aramid/epoxy composite' 0010-4361/91/060448-03 448 COMPOSITES. VOLUME 22. NUMBER 6. NOVEMBER 1991.
- [29] E.P. GELLERT, D.M. TURLEY: 'Seawater immersion ageing of glass-fibre reinforced polymer laminates for marine applications' Composites: Part A 30 (1999) 1259–1265.
- [30] X.J. FAN, S.W.R. LEE, and Q. HAN: 'Experimental investigations and model study of moisture behaviors in polymeric materials' Microelectronics Reliability 49 (2009) 861–871.
- [31] A. CHATEAUMINOIS, L. VINCENT, B. CHABERT and J. P. SOULIER: 'Study of the interfacial degradation of a glass-epoxy composite during hygrothermal ageing using water diffusion measurements and dynamic mechanical thermal analysis' 0032-3861/94/22/4766-09 © 1994 Butterworth-Heinemann.
- [32] B.F. BOUKHOULDA, E. ADDA-BEDIA, K. MADANI: 'The effect of fiber orientation angle in composite materials on moisture absorption and material degradation after hygrothermal ageing' Composite Structures 74 (2006) 406–418.
- [33] Ghaydaa ALAWSI, Saud ALDAJAH and Safa ABDUL RAHMAAN: "Impact of humidity on the durability of E-glass/polymer composites" Materials and Design 30 (2009) 2506–2512.
- [34] Jożef STABIK: 'Ageing of laminates in boiling NaCl water solution' Polymer Testing 24 (2005) 101–103.
- [35] Mehmet Emin DENIZ, Ramazan KARAKUZU: 'Seawater effect on impact behavior of glass-epoxy composite pipes' Composites: Part B 43 (2012) 1130–1138.
- [36] F. POMIES, L.A. CARLSSON, D. CHOQUEUSE, P. DAVIES : 'Dégradation de matériaux composites dans un environnement marin : Nouveaux matériaux et méthodes

d'essai' La construction navale en composites. Paris, 7-9 décembre 1992 IFREMER, Actes de colloques n° 15. Communication n° 37.

[37] A. EL MAHI, A. BEZAZI & J.M. BERTHELOT : ' Comportement des stratifiés croisés en flexion trois points'. Groupe composites et structures mécaniques. Université du Maine. Matériaux (2002).

[38] L. KUMOSA, B. BENEDIKT, D. ARMENTROUT, M. KUMOSA 'Moisture absorption properties of unidirectional glass/polymer composites used in composite (non-ceramic) insulators' Composites: Part A 35 (2004) 1049–1063.

[39] HEXCEL FABRICS, Composite & Industrial Reinforcements. Product data: 'Textile Reinforcement for High Performance Composites, E GLASS FABRIC'.

[40] DERA KANE epoxy vinyl ester: 'DERAKANE MOMENTUM™ 411-350 Epoxy Vinyl Ester Resin' November 2004.

[41] HEXCEL, HexPly® M21 Epoxy Matrix (180°C/356°F curing matrix). Product data. ©Copyright Hexcel Publication FTA002d (Oct 2008).

[42] Hazizan Md AKIL, Leong Wei CHENG, Z.A. Mohd ISHAK, A. ABU BAKAR, and M.A. ABD RAHMAN: 'Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites' Composites Science and Technology 69 (2009) 1942–1948.

[43] Wellington Chu, LIXIN Wu, Vistasp M.KARBHARI: 'Durability evaluation of moderate temperature cured E-glass/vinylester systems' Composite Structures 66 (2004) 367–376.

[44] Maria Araceli ABANILLA, Yan Li, Vistasp M. KARBHARI: 'Durability characterization of wet layup graphite/epoxy composites used in external strengthening' Composites: Part B 37 (2006) 200–212.

[45] R. C. WYATT and K. H. G. ASHBEE: 'Ebonding in carbone fibre/polyester resin composites exposed to water: comparaison with 'E' glass fibre composites' Fibre Science and Technology. (1969).

[46] M.R.R.L. DA SILVA, J.R.M. D'ALMEIDA, V. CALADO: 'Variation of the thermal diffusivity of glass and carbon fiber–epoxy composites as a function of water absorption' Polymer Testing 28 (2009) 543–547.

- [47] B. ELLIS and M.S. FOUND: 'The effects of water absorption on a polyester/chopped strand mat laminate' COMPOSITES. VOL 14. NO 3. 0010-4361/83/030237-07 1983 Butterworth & Co (Publishers).
- [48] Daniel GAY : 'Matériaux composites, 4<sup>e</sup> édition revue et augmentée' Hermès, Paris 1997.
- [49] Rui Pedro CARREIRA : 'Les matériaux composites dans l'industrie des sports et des loisirs' DECATHLON 2005.
- [50] "Glossaire des matériaux composites". Laboratoire d'essais et d'évaluation en environnement, Centre d'animation régional en matériaux avancés (carma), Glossaire. Décembre 2004.