HAL
open science

Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite : Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre

Henri-Alexandre Cayzac

To cite this version:

Henri-Alexandre Cayzac. Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite : Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0034 . tel-01139401

HAL Id: tel-01139401

https://pastel.hal.science/tel-01139401

Submitted on 4 Apr 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

Ecole doctorale n°432 : Science pour les Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Henri-Alexandre CAYZAC

le 09 Septembre 2014

Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite.
Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre.

Directeur de thèse : **Lucien LAIARINANDRASANA**
Maître de thèse : **Sébastien JOANNES**

Jury

M. Christophe FOND, Professeur, ICUBE, Univ. de Strasbourg	Président
M. Yann MARCO, Enseignant Chercheur HDR, LBMS, ENSTA Bretagne	Rapporteur
M. Rafael ESTEVEZ, Professeur, SIMaP, Univ. Joseph Fourier de Grenoble	Rapporteur
M. Nicolas SAINTIER, Professeur, I2M, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Jean-François CARON, Professeur, MSA, ENPC ParisTech	Examinateur
M. Lucien LAIARINANDRASANA, Maître de recherche HDR, CdM, Mines ParisTech	Examinateur
M. Sébastien JOANNES, Chargé de recherche, CdM, Mines ParisTech	Examinateur
M. Gilles HOCHSTETTER, Docteur, CERDATO, ARKEMA	Invité
M. Frank CHAUZU, Ingénieur, CQFD Composites	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des matériaux CNRS UMR 7633
B.P. 87, 91003 EVRY Cedex, France

À mes parents.

Remerciements

En premier lieu, je souhaites remercier les membres du jury qui ont accepté de lire, d'examiner, de rapporter, de décortiquer les pages de ce manuscrit. Les observations et critiques constructives qu'ils m'ont adressé ont été encourageantes. Merci donc à Yann Marco, Rafael Estevez, Nicolas Saintier, Jean-François Caron et Christophe Fond.
Merci à mes encadrants industriels : Gilles Hochstetter et Franck Chauzu pour la confiance et la liberté que vous nous avez donné tout au long du projet.

Je souhaites maintenant adresser mes chaleureux remerciements à l'ensemble des personnes qui ont participé de près ou de loin à l'établissement des résultats présentés dans ces travaux et qui m'ont aidé d'une façon ou d'une autre à faire mûrir ma réflexion sur ce passionnant sujet scientifique.

Je remercie mon directeur de thèse, Lucien Laiarinandrasana, pour sa disponibilité de tout les instants, pour son calme, son écoute, sa mesure et son implication considérable durant ces trois - quatre années de thèse. Merci pour ces discussions passionnantes que nous avons eu et qui ont permis la construction du raisonnement scientifique qui a été mené tout au long de cette étude.
J'adresse mes remerciements à Sébastien Joannès, mon maître de thèse, qui a su aussi mettre sa pierre à l'édifice au travers de sa rigueur (notamment en statistique), de sa confiance, et qui aura, le premier, suggéré l'étude de l'essai de compression diamétrale.

Grâce à vous, j'ai passé trois-quatre années inoubliables.

Je tiens à remercier Kacem Saï, professeur à l'ENIS, pour son implication dans la loi de comportement développée, pour l'initiation aux lois de comportement qu'il m'a dispensé en première année de thèse et pour l'accueil chaleureux qu'il nous a donné à Sfax.

Merci à l'équipe "Tomo" : Lukas Helfen (ESRF), Nicolas Lenoir (Laboratoire Navier), Thilo Morgeneyer et Henry Proudhon qui ont partagé leurs expertises de cette magnifique technique expérimentale qu'est la tomographie.
Un grand merci à Yves Favry, Jean-Christophe Tesseidre et Julie Heurtel pour la conception des montages réalisés, la science du collage des jauges, la programmation machine, et l'assistance quotidienne qu'ils dispensent aux thésards perdus.
Je souhaites remercier chaleureusement Anne Laurent pour sa bonne humeur permanente, son tact magique dans l'utilisation du microtome et le temps qu'elle a consacré à chercher les petits trous dans la matrice. C'était un plaisir de travailler avec toi.
Merci à Jamel Missoum, véritable pilier de Zébulon, toujours souriant et accueillant, toujours disponible pour débugger ce code de calcul pour le moins capricieux.

Merci aux thésards ayant peuplés le Bocal : MelchSP, Double A, Wilbur, ce fut un plaisir de faire des pauses bavardages avec vous. Merci aux différents habitants successifs du B106 : Mathieu, Arthur, PAP pour les boutades du quotidien, merci aussi aux autres doctorant avec qui j'ai pu échanger avec plaisir : Mériem, Judith, Manu, Doudou, Damieng, Jugjug, Toinou.

Enfin je souhaites remercier ma famille : mes parents, mon frère, mes petites soeurs qui ont toujours été là pour moi.

Table des matières

1 Introduction **13**
1.1 Contexte Industriel . . . 13
1.2 Démarche scientifique : le projet CARENCO . . . 13
1.3 Plan du mémoire . . . 14

2 Eléments de calcul sur un tube sous pression interne **17**
2.1 Un procédé innovant : la pultrusion réactive . . . 18
2.1.1 Les débuts de la pultrusion des composites thermodurcissables . . . 18
2.1.2 La pultrusion de composites thermoplastiques . . . 18
2.2 Propriétés élastiques des composites thermoplastiques . . . 20
2.2.1 Un matériau quasi-isotrope transverse . . . 21
2.2.2 Identification directe de E_1 et ν_{12} . . . 22
2.2.3 Approche inverse . . . 23
Détermination des essais mécaniques à réaliser . . . 23
Essais expérimentaux . . . 24
Détermination des coefficients . . . 25
Effets de la matrice sur les mécanismes de rupture . . . 25
2.3 Contraintes locales dans un tube sous pression interne . . . 27
2.3.1 Tube homogène sous pression interne . . . 27
2.3.2 Théorie élastique des stratifiés sur un tube . . . 29
2.4 Conclusions . . . 31

3 Etude de la microstructure et de sa variabilité **33**
3.1 La matrice PA6 . . . 34
3.1.1 Elaboration du PA6 . . . 34
3.1.2 Température de transition vitreuse et taux de cristallinité . . . 35
3.2 Le matériau composite PA6FV : une grande variabilité microstructurale . . . 36
3.2.1 De l'observation à la quantification . . . 36
3.2.2 Distribution des diamètres de fibres . . . 40
3.2.3 Distribution du taux de fibres . . . 42
3.2.4 Une mesure du confinement . . . 43
3.2.5 Porosités . . . 46
Macro-porosités . . . 47
Micro-porosités . . . 50
3.3 Conclusions . . . 50

4 Expérimentation dédiée à l'endommagement et la rupture du composite PA6FV 55
4.1 Essais Brésiliens : des essais multiaxiaux . . . 56
4.1.1 Présentation et dimensionnement de l'essai . . . 56
Analyse analytique du comportement transverse . . . 57
Comparaison entre calcul numérique et solutions analytiques . . . 59
Dimensionnement des joncs . . . 60
Dispositif expérimental . . . 62
4.1.2 Résultats expérimentaux . . . 64
Variables mesurables macroscopiques . . . 64
Mécanismes d'endommagement et de rupture à l'échelle microscopique . . . 69
4.2 Essais sur éprouvette de type CT *in-situ* en laminographie . . . 77
4.2.1 Observations à l'échelle macroscopique . . . 77
4.2.2 Observations à l'échelle de la microstructure . . . 79
4.2.3 Eléments sur la propagation de fissure . . . 82
4.3 Conclusions . . . 85

5 Comportement de la matrice 87
5.1 La matrice massive . . . 88
5.1.1 Approche proposée . . . 88
5.1.2 Mécanique des éprouvettes entaillées . . . 88
5.2 Le PA6-R : étalon pour l'élaboration d'une loi de comportement . . . 90
5.2.1 Echelle globale : courbes de contrainte nette / déformation . . . 90
5.2.2 Echelle locale : distributions de porosités . . . 92
Distributions des pores sur NT4 . . . 92
Distributions des pores sur NT045 . . . 94
5.3 Données expérimentales sur la matrice en PA6 . . . 95
5.4 Elaboration d'une loi de comportement . . . 102
5.4.1 Modèle multi-mécanismes . . . 103
Formulation en grandes déformations . . . 103
Expression de la loi de comportement . . . 104
Loi de localisation des contraintes . . . 104
Variables d'écrouissages . . . 105
Equations d'évolutions . . . 106
5.4.2 Couplage modèles multi-mécanismes et endommagement . . . 107
5.4.3 Identification des paramètres . . . 109
5.4.4 Comparaisons expérimental / numérique sur PA6-R . . . 110
Comportement macroscopique . . . 110
Distribution de porosité . . . 112
Triaxialité locale . . . 116
Orientation des cavités . . . 118
5.5 Recalage des coefficients du modèle pour la matrice PA6 . . . 119
5.6 Conclusions . . . 121

6 Modélisations 123
6.1 Préambule : la mécanique d'un milieu homogène confiné . . . 124
6.2 Calcul de structure à l'échelle microscopique . . . 126
6.2.1 Maillage de la microstructure . . . 127
Reproduction d'une microstructure . . . 127
Obtention de divers maillages . . . 128
Maillages retenus . . . 129

6.2.2 Paramètres influents sur le calcul par éléments finis . . . 132
Lois de comportement et formulation du problème EF . . . 133
Influence de la taille de maille . . . 134
Effet du chargement : compression uniaxiale . . . 140
6.3 Modélisation à deux échelles de l'essai de compression diamétrale . . . 141
6.3.1 Calcul à l'échelle macroscopique . . . 142
6.3.2 Calcul à l'échelle de la microstructure . . . 143
Présentation du VER . . . 143
Isovaleurs . . . 144
Taux d'élancement critique et amorçage de fissure . . . 147
Evolution du taux surfacique d'éléments rompus en fonction du chargement . . . 148
Correspondance entre l'endommagement simulé au niveau du VER et du jonc . . . 149
Influence des macropores . . . 151
6.4 Conclusions . . . 153

7 Potentialités de la démarche - Applications 155
7.1 Tube renforcé par un composite sous pression interne . . . 157
7.1.1 Champ de contrainte à l'échelle de la microstructure . . . 157
7.1.2 Estimation des pressions d'amorçage selon l'angle d'enroulement . . . 158
7.2 Prédiction pour des tests normatifs sur tube . . . 159
7.2.1 Amorçage de fissure . . . 159
7.2.2 Propagation rapide de fissure . . . 160
7.3 Revisiter les essais classiques . . . 160
7.4 Conclusions . . . 161

8 Conclusions et perspectives 163

Table des figures

2.1 (a) Schéma de principe de la pultrusion composite á partir d'une matrice thermodurcissable (d'après [Bunsell and Renard, 2005]). (b) Schéma de principe de la pultrusion "réactive". 19

2.2 Schéma du jonc composite avec son repère local. La direction 1 est parallèle à l'orientation des fibres. 21

2.3 (a) Courbes de contraintes/déformations en traction sur bande PA6FV dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (b) Courbes de contraintes/déformations en compression sur jonc PA6FV dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (c) Montage expérimental de compression sur jonc. 22

2.4 (a) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FV 180 mm entre appuis. (b) Montage expérimental de flexion trois points. (c) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FV 50 mm entre appuis. (d) Courbes expérimentales de compression diamétrale. 24

2.5 (a) Courbes de contraintes/déformations en compression sur joncs PA6FC (PA6) et époxy-FC (E) dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (b) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FC (PA6) et époxy-FC (E) avec 180 mm entre appuis. 26

2.6 (a) Compression diamètrale sur PA6FC. (b) Compression diamètrale sur époxy-FC. . 26

2.7 Tube sous pression interne. (a) Coupe transverse du tube sous pression interne. (b) Coupe longitudinale du tube. Le repère (r, θ, z) représente le repère global du tube. Le repère $(1, 2, 3)$ représente le repère local matériau. 27

2.8 Contraintes axiales, tangentielles et radiales calculées dans l'épaisseur d'un tube sous pression. Influences des diffèrentes conditions aux limites. 28

2.9 Etude analytique : influence de l'orientation des fibres. Contraintes calculées dans le repère du pli composite. Influence de l'orientation des fibres. 30

3.1 Polymérisation par ouverture hydrolytique de cycle de l'ϵ-caprolactame. 34

3.2 (a) Thermogramme de DSC, flux de chaleur (W/g) en fonction de la température (°C). (b) Zoom sur le domaine de transition vitreuse (T_g). (c) Zoom sur le domaine de fusion (T_f). 35

3.3 Polyamide 6 renforcé de fibres de verre. (a) Coupe de tomographie-X d'un cliché reconstruit ; (b) et (c) images MEB avec différents grandissements. 37

3.4 (a) Image MEB non traitée. (b) Seuillage pour calcul du taux de fibre. (c) Seuillage pour calcul des diamètres de fibre. 39

3.5 Tailles de VER morphologique considérés. 39

3.6 (a), (b) et (c) Densité de probabilité associée aux valeurs des diamètres de fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement. (d) Moyennes, écart-types et intervalles de confiance à 95% du diamètre de fibre en fonction de la taille du VER. 40

3.7 Estimation du diamètre moyen. (a) Moyennes et écart-types en fonction du nombre de fibres tirées aléatoirement. (b) Moyenne et intervales de confiance à 95% en fonction du nombre de fibres tirées aléatoirement. 41
3.8 (a), (b) et (c) Densité de probabilité associée aux valeurs des taux de fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 328 μm^2 respectivement. (d) Moyennes, écart-types et intervalles de confiance à 95% du taux de fibre en fonction de la taille du VER. 42
3.9 (a) Triangulation de Delaunay entre les centres des fibres et distance inter-fibres d_{if}. (b), (c) et (d) Densité de probabilité associée aux valeurs des distances inter-fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement. 43
3.10 Matrice confinée par deux fibres. 44
3.11 (a) Distance inter-fibres d_{if} et rapport d'élancement *elc*. (b), (c) et (d) Densité de probabilité associée aux valeurs d'élancement pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement. 45
3.12 (a) Image MEB d'une coupe longitudinale (sens des fibres) de PA6FV montrant la présence de macro-porosités. (b) Image reconstruite de tomographie, coupe longitudinale de PA6FV montrant des fibres désorientées et des macro-porosités 47
3.13 Schéma de principe du "double seuillage". (a) Image en niveau de gris. (b) Seuillage "bas". (c) Seuillage "haut". (d) Seuillage souhaité. 48
3.14 (a) Image reconstruite de tomographie en niveau de gris, coupe longitudinale. (b) Image correspondante seuillée. 49
3.15 (a) Image reconstruite de tomographie. Coupe transverse d'un jonc de PA6FV montrant la bande prélevée pour l'analyse du taux de macro-porosité. (b) Bande prélevée subdivisée. Chaque sous-volume de taille $695 \times 1550 \times 4480$ μm^3 est seuillé afin d'obtenir la répartition de porosité dans le jonc. 50
3.16 Sous-volume ($695 \times 1550 \times 4480$ μm^3) seuillé montrant la macro-porosité. 51
3.17 (a) Taux de porosité mesuré par sous-volumes en fonction des coordonnées radiales (du centre du jonc vers les bords) (b) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction x pour le sous-volume du centre et d'un des bords. (c) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction y pour le sous-volume du centre et d'un des bords. (d) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction z pour le sous-volume du centre et d'un des bords. 52
3.18 (a) et (b) Images MEB de coupe transverse de PA6FV. Différents grandissements mettant en valeur la micro-porosité. 53

4.1 (a) Schéma simplifié de l'essai brésilien. (b) Modèle éléments finis 2D déformation plane. (c) Déformée numérique. La zone en contact est $r_0\alpha$ avec ici $\alpha = 12°$. 57
4.2 (a) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale, calcul 2D déformation plane. (b) Comparaison calcul numérique et solutions analytiques matériau élastique isotrope. Les contraintes sont normalisées par les contraintes maximales calculées par Frocht. 59
4.3 (a) Schéma 3D du modèle de compression transverse. (b) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes longueurs de jonc. Comparaison avec le modèle 2D. (c) Contrainte σ_z en fonction des coordonnées normalisées y/r_0. Résultats 2D et 3D pour différentes longueurs de jonc. (d) Déformation ϵ_z en fonction des coordonnées normalisées y/r_0. 60
4.4 Contraintes principales en fonction des coordonnées normalisées y/r_0. 62
4.5 (a) Montage expérimental de compression diamétrale. (b) Agrandissement sur le montage de compression. (c) Courbes expérimentales de compression transverse. Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale. 63

4.6 (a) Contrainte nominale normalisée en fonction de la déformation nominale pour un jonc à matrice époxy renforcée en fibres de verre d'après Kar et al. [Kar et al., 2012]. (b) Contrainte nominale normalisée en fonction de la déformation nominale. Courbe de référence pour PA6FV. 64
4.7 (a) Joncs composite PA6FV fissurés par compression transverse. (b) Joncs matrice massive déformés par compression diamétrale. 65
4.8 Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour des joncs de longueur $L = 40$ mm et $L = 70$ mm. Pour $L = 70$ mm, l'essai est interrompus afin de réaliser des clichés. 66
4.9 Essais interrompus. (a) Courbes de contrainte nominale en fonction de la déformation nominale de deux joncs dont une des faces transverses est observée. (b) et (c) Observations d'une face transverse (PR) avant et après la chute de charge. (d), (e), (f) et (g) Observations d'une face transverse (PL) en cours d'essai. 67
4.10 (a) Schéma représentant le chargement symétrique avant la phase 4. (b) Schéma représentant le désalignement du plateau supérieur. 68
4.11 (a) Courbes de charge normalisée en fonction du déplacement appliqué des essais interrompus. (b), (c) et (d) Images tomographiques de fissures diamétrales dans les sections transverses aux fibres pour une déformation nominale appliquée de 0.059, 0.064 et 0.069 respectivement. Images à mi-longueur. 70
4.12 (a) et (b) Coupes transverses de clichés de tomographie. (a) Matériau non endommagé. (b) Matériau endommagé. Images brutes. 71
4.13 Contrainte nominale normalisée, R_l du jonc en fonction de la déformation nominale. . 72
4.14 (a) et (b) : Différentes coupes d'images segmentées qui présentent la fissure diamétrale le long des joncs composites pour des déformations nominales appliquées de 0.059 et 0.064 respectivement. 73
4.15 Schéma de principe de propagation de fissure transverse par décohésion fibre/matrice. 73
4.16 Schéma de principe de propagation de fissure transverse par croissance et coalescence de cavités. 74
4.17 (a), (b), (c) et (d) Images MEB sur éprouvettes de compression diamétrale post-mortem. 75
4.18 (a) et (b) Images MEB sur éprouvettes de compression diamétrale post-mortem. Mise en évidence de formations cristallines. 76
4.19 Schéma des éprouvettes CT pour propagation de fissures. (a) Entaille dans la direction des fibres. (b) Entaille dans la direction transverse aux fibres. 77
4.20 Essais sur éprouvettes CT. Chargement progressif. Entaille dans le sens des fibres. Tv est le déplacement appliqué. 78
4.21 Essais sur éprouvettes CT. Chargement progressif. Entaille dans le sens transverse aux fibres. Tv est le déplacement appliqué. 78
4.22 Laminographie avec entaille dans le sens des fibres : coupes à mi-épaisseur. (a) Composite non endommagé. (b) Composite endommagé. Une zone d'intérêt est représentée par des pointillés blancs. (c) Agrandissement sur la zone d'intérêt, matériau non endommagé. (d) Agrandissement sur la zone d'intérêt, matériau endommagé. 80
4.23 Laminographie, volumes reconstruits de dimension : $560 \times 135 \times 15\mu m^3$. (a) Matériau non endommagé. (b) Matériau endommagé. 81
4.24 Laminographie avec entaille dans le sens perpendiculaire aux fibres : coupes à mi-épaisseur. (a) Composite non endommagé. (b) Composite endommagé. Une zone d'intérêt est représenté par des pointillés blancs. (c), (d) et (e) Agrandissements sur la zone d'intérêt, matériau sous sollicitation progressive. 83

4.25 Clichés de laminographie avec entaille dans le sens des fibres. Suivi d'avancée de fissure en fonction du déplacement local appliqué. (a) Composite non endommagé, coupes longitudinale à mi-épaisseur. Huit marqueurs sont identifiés. (b) Composite endommagé, coupe longitudinale à mi-épaisseur. Suivi des huit marqueurs. (c) Coupe transverse $(1' - 2')$. (d) Coupe transverse $(3' - 4')$. (e) Coupe transverse $(5' - 6')$. (f) Coupe transverse $(7' - 8')$. 84

5.1 (a) Eprouvettes cylindriques entaillées. Rayons d'entailles : $r_0 = 4$ mm et 0.45 mm. (b) Taux de contraintes triaxiales τ *vs.* b/r_0, d'après Eq. 5.5, avec $b = 1.75$ mm et $R = 3.6$ mm. 89

5.2 Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais interrompus sur NT4 et NT045. Trois essais interrompus sont présentés pour NT4. Þ est le déplacement résiduel mesuré pour chacune des éprouvettes NT4. 91

5.3 (a) Emplacement des scans de tomographie à mi-épaisseur sur la géométrie des éprouvettes. En rouge pour NT4 et NT045. En vert pour NT4 seulement. (b) Morphologies et orientations de pores dans la section minimale de l'éprouvette NT4 Þ 1.2 mm. Coupe longitudinale (716 μm $\times$ 538 μm). Les *polar fans* sont entourés [Laiarinandrasana et al., 2012a]. 92

5.4 (a) Taux de porosité normalisés des différentes éprouvettes NT4 en fonction des coordonnées radiales normalisées. (b) Taux de porosité normalisés dans la direction axiale z pour les éprouvettes NT4. On se réfère aux différentes éprouvettes NT4 par leurs déplacement résiduel Þ. 93

5.5 (a) Orientation des porosités mesurée sur l' éprouvette NT4 Þ 1.2 mm dans la section minimale. (b) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour l'éprouvette NT045. 95

5.6 (a) Morphologie des pores au niveau de la section minimale pour NT045. Volume 3D (1260 μm $\times$ 175 μm $\times$ 140 μm). (b) Zoom sur une région d'intérêt. Volume 3D (420 μm $\times$ 140 μm $\times$ 140 μm). Quelques pores sous forme de disque sont encerclés. 96

5.7 (a) Photo du montage expérimental des essais de traction sur éprouvettes NT. (b) Système d'attache des éprouvettes. 97

5.8 (a) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045. (b) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 4.9 mm/min. (c) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 0.6 mm/min. (d) Champs de températures sur un essais de traction de NT4 avant et après rupture. 98

5.9 (a) Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais sur PA6 NT4 et NT045. (b) Comparaison entre PA6 et PA6-R pour les essais NT045 et NT4 Þ 1.2 mm. 99

5.10 Morphologie des sphérolites dans la zone entaillée d'une éprouvette NT4 de PA6 rompue. (a) Lame mince découpée au microtome puis observée au MEB. Vue d'ensemble. (b), (c), (d) et (e) Agrandissements de zone d'intérêt. (b) Zone de transition. (c) Zone blanchie. (d) et (e) Zones strictionnées. 100

5.11 Faciès de rupture par cryofracture de la zone strictionnée d'une éprouvette NT4 en PA6. Observation au MEB. 101

5.12 (a) Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais sur NT4 et NT045. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques. (b) Comparaisons entre déformées expérimentales et numériques pour chacun des Þ de NT4. 111

5.13 (a) Isovaleurs de l'endommagement p sur NT4 pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 2.00$ mm, l'endommagement maximal $p_{max} = 12.9\%$ est situé au centre de la section minimale. (b) Isovaleurs de l'endommagement p sur NT045 pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 1.08$ mm, l'endommagement maximal $p_{max} = 6.6\%$ est situé proche du bord d'entaille. 112
5.14 (a) et (c) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour Þ 0.6 mm et 1.2 mm respectivement. (b) et (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées axiales normalisées pour Þ 0.6 mm et 1.2 mm respectivement. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques. 114
5.15 (a) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour Þ 2.4 mm. (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées axiales normalisées pour Þ 2.4 mm. (c) Orientation des porosités mesurée sur l' éprouvette NT4 Þ 1.2 mm dans la section minimale. (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour l'éprouvette NT045. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques. 115
5.16 Courbes des triaxialités calculées en fonction des coordonnées radiales normalisées sur NT4 pour chacun des Þ et sur NT045. 116
5.17 (a) Isovaleurs des plus grandes contrainte et déformation principales sur NT4, pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 1.5$ mm. (b) Isovaleurs des plus grandes contrainte et déformation principales sur NT045, pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 0.95$ mm. (c) Distributions des plus grandes contrainte et déformation principales le long de la section minimale pour NT4. (d) Distributions des plus grandes contrainte et déformation principales le long de la section minimale pour NT045. 117
5.18 (a) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045. Comparaison expérimentale et numérique. (b) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 4.9 mm/min. Comparaison expérimentale et numérique. (c) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 0.6 mm/min. Comparaison expérimentale et numérique. 120

6.1 Schéma illustrant la différence entre module d'Young et module de compressibilité. . . 125
6.2 (a) Image MEB non traitée. (b) Image numérique de la microstructure. (c) Partitionnement par triangle de Delauney. 128
6.3 (a) Maillage très grossier (b) Première étape de raffinement. (c) Seconde étape de raffinement. 129
6.4 Deux VER de taille $155\mu m^2$. La variabilité est différente entre (a) VER 1 et (b) VER 2. 130
6.5 (a) et (b) Densité de probabilité associée aux valeurs des diamètres de fibres pour les VER 1 et 2 respectivement. (c) et (d) Densité de probabilité associée aux distances inter-fibres pour les VER 1 et 2 respectivement. (e) et (f) Densité de probabilité associée à l'élancement pour les VER 1 et 2 respectivement. 131
6.6 Petite microstructure de taille $93\mu m^2$. (a) Maillage grossier 1. (b) Maillage intermédiaire 2. (c) Maillage fin 3. (d) Maillage très fin 4. 132
6.7 (a) Maillage considéré et conditions aux limites. (b) Contraintes nominales résultantes en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacune des formulations. . . 134
6.8 Contraintes nominales résultantes sur la microstructure en fonction de la déformation nominale appliquée sur chacun des maillages. (a) Sans propagation de fissures. (b) Avec propagation de fissures. 135

6.9 Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des maillages déformés. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3. 135
6.10 (a) Fraction surfacique d'éléments qui atteignent un endommagement $p = 20\%$ en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacun des maillage 1, 2 et 3. (b) Fraction surfacique normalisée pour un endommagement $p = 20\%$ en fonction de la déformation nominale appliquée. Deux phases sont identifiées : la phase d'amorçage et la phase de propagation de la fissure. 136
6.11 Carte d'isovaleurs du calcul du taux de triaxialité des contraintes dans la matrice pour chacun des maillages déformés. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3 137
6.12 (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des maillages déformés avec propagation de fissures. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3. (d) Maillage 4. 138
6.13 Fraction surfacique d'éléments rompus normalisée en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacun des maillages 1, 2, 3 et 4. 139
6.14 (a) Carte d'isovaleurs du calcul de la triaxialité des contraintes dans la matrice déformée. (b) Carte d'isovaleurs de l'endommagement calculé dans la matrice déformée. 141
6.15 (a) Carte d'isovaleurs des contraintes de compression σ_y. (b) Courbe de compression diamétrale. Déplacement appliqué en fonction de la force résultante. Comparaison des courbes expérimentales et numérique. 142
6.16 Rapport des contraintes de traction σ_x sur les contraintes en compression σ_y sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale. Contraintes de traction σ_x sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale. 143
6.17 VER 1 de taille $155\mu m^2$. Conditions aux limites. 144
6.18 (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des VER déformés avec propagation de fissures. (a) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.03$. (b) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.05$. (c) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.07$. (d) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.03$. (e) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.05$. (f) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.07$. 145
6.19 (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de triaxialité dans la matrice pour chacun des VER 1 et 2 pour une déformation macroscopique appliquée de 0.02. 146
6.20 Elancement des zones endommagées en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée. Résultats pour le VER 1. 147
6.21 Fraction surfacique d'éléments rompus en fonction du déplacement macroscopique appliqué pour chacun des VER 1 et 2. 149
6.22 (a) Contrainte nominale normalisée, R_l du jonc et R_l du VER en fonction de la déformation nominale. (b) Schéma de principe reliant R_l du jonc et R_l du VER. 150
6.23 (a) et (c) VER 1 avec un taux de macro-pores de 0.4%. Le pore est disposé à des enplacements différents. (b) et (d) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des VER déformés avec propagation de fissures pour les cas (a) et (c) respectivement ($\epsilon_{macr} = 0.07$). 151
6.24 (a) VER 1 avec un taux de macro-pores de 2.1%. (b) Carte d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour le VER déformé avec propagation de fissures ($\epsilon_{macr} = 0.07$). 152
6.25 Fraction surfacique d'éléments rompus en fonction de la déformation macroscopique appliquée pour chacun des VER 1 et 2. 153

7.1 Tube sous pression interne. (a) Coupe transverse du tube sous pression interne. (b) Contraintes appliquées dans le plan (23) du repère local matériau (123). (c) Similitude du chargement avec l'essai de compression diamétrale. 158

7.2 (a) Essai de compression diamétrale. Contraintes de traction σ_x sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale. Détermination de σ_{tr}^{am}, contrainte de traction d'amorçage. ϵ_{macr}^{am} est la déformation nominale macroscopique de début d'amorçage déterminée à l'aide du calcul sur VER. (b) Contraintes locales en traction σ_{22} qui sollicitent la canalisation calculées pour un angle d'enroulement des fibres de 0, 90 et 55 ° par rapport à l'axe du tube. On remonte ainsi à la pression interne d'amorçage des fissures. 158

Chapitre 1

Introduction

1.1 Contexte Industriel

Depuis les années 90, le marché de l'énergie est en pleine mutation. Les effets combinés de l'épuisement des ressources fossiles (les champs d'hydrocarbure sont de moins en moins accessibles) et du réchauffement climatique lié aux productions de gaz à effet de serre (issues des centrales à charbon par exemple) encouragent une évolution du système d'approvisionnement en énergie d'une part et de la consommation de celle-ci d'autre part. En proposer des solutions d'approvisionnement fiables trouve de nombreuses applications :

- Les énergies fossiles sont de moins en moins accessibles. C'est particulièrement le cas dans l'offshore où une des technologies actuellement utilisée, le pompage d'hydrocarbure par flexibles n'est pas adaptée à l'offshore profond. En effet, les flexibles composés d'armatures métalliques et de gaines d'étanchéité thermoplastiques sont trop lourds pour atteindre les profondeurs souhaitées. La réduction de poids passe par l'utilisation de matériaux composites. Les canalisations doivent supporter de fortes pressions (500 à 1000 bars) mais aussi des températures élevées (70 à 80°C).
- L'évolution de la distribution du gaz de ville (méthane) impose une augmentation des pressions dans les canalisations (25 bars pour 10 actuellement). Des solutions à base de canalisations composites existent déjà et se développent afin de rivaliser en terme de tenue à la pression avec l'acier.
- L'hydrogène, utilisé dans les piles à combustible constitue une valeur énergétique prometteuse. De plus, son utilisation est une solution adaptée dans le cadre du développement durable. Un verrou technologique majeur subsiste dans le transport et le stockage de celui-ci. En effet, le transport ou stockage optimal de l'hydrogène en terme de densité massique (rapport de la masse de gaz stocké sur la masse du système complet) et volumétrique (rapport du volume de gaz stocké sur le volume du système complet) s'effectue sous forme gazeuse. Les solutions de transport actuelles sont insatisfaisantes. L'utilisation d'aciers spéciaux résistants à la fragilisation par hydrogène entraîne un surcoût proche de 50%. Les canalisations composites existantes restent insatisfaisantes face au problème de perlage (étanchéité).

1.2 Démarche scientifique : le projet CARENCO

C'est dans ce contexte que le projet CARENCO (CAnalisations RENforcées COmposites) issu du programme Matetpro financé par l'ANR vise à développer une canalisation haute performance de type gaine renforcée par un matériau composite à fibres continues. Ce projet est marqué par la volonté d'utiliser des polymères thermoplastiques biosourcés et recyclables à moindre coûts énergétiques et plus respectueux de l'environnement comme le PolyAmide 11 (PA11) ou 12 (PA12) qui ne nécessitent

pas de solvant (contrairement aux résines thermodurcissable). Les matériaux envisagés pour renforcer ces polymères sont les fibres de carbone.

CARENCO regroupe quatre entités :
- Arkema dont le coeur de métier est la chimie des polymères
- CQFD Composites micro-entreprise spécialisée dans les solutions de pultrusion de matériaux thermoplastiques.
- L'Université de Strasbourg et le département mécanique de ICUBE.
- Mines-Paristech et le Centre des Matériaux.

Ces entités travaillent de concert sur trois axes de recherche complémentaires :
+ La conception d'un matériau composite thermoplastique à hautes performances. Cette étape de conception a été principalement effectuée par Arkema et CQFD Composites. Tout au long du projet, une amélioration permanente a été conduite sur l'élaboration d'un composite thermoplastique hautes performances.
+ La compréhension de la résistance à la fissuration rapide. Cette étape d'étude de propagation dynamique de fissures a été menée par l'Université de Strasbourg. Le but étant de pouvoir maîtriser la propagation rapide d'une fissure longitudinale : par l'apparition de branchement lorsque la fissure se propage à grande vitesse puis l'arrêt lorsque la vitesse a suffisamment diminué [Kopp, 2013].
+ La compréhension des modes d'endommagement de la structure. Comprendre l'évolution du micro-endommagement de la structure permet d'anticiper l'amorçage d'une éventuelle fissure macroscopique dans le bicouche. On pourra ainsi optimiser convenablement les caractéristiques mécaniques de la canalisation tels que l'orientation de l'enroulement du composite pultrudé, ainsi que déterminer quelles chargements favorisent l'amorçage des fissures. Le Centre des Matériaux s'est focalisé sur cette problématique, c'est l'objet de ce travail de thèse.

La démarche scientifique s'inscrit dans l'approche multi-échelle "micro-macro" où un échange permanent s'instaure entre les observations et la modélisation à ces deux échelles. L'objectif ultime est donc de comprendre par l'évolution de la microstructure les mécanismes d'endommagement et de rupture à l'échelle microscopique et d'en tirer parti pour instiller de la physique dans la modélisation. Cette dernière doit forcément passer par la méthode numérique de calcul par éléments finis, vu la complexité de la (micro)-structure à modéliser.

1.3 Plan du mémoire

Un matériau composite est généralement composé d'une matrice et de renfort. Entre ces deux entités deux types d'interfaces interviennent : interface entre renfort et matrice ; interface entre plis (*a priori* matrice-matrice). De ces composants, il est connu qu'il existe quatre modes d'endommagement :
- par rupture de renfort ;
- par fissuration de la matrice ;
- par décohésion de l'interface fibre/matrice ;
- par délaminage entre plis.

La chronologie entre ces différents modes d'endommagement dépend des matériaux constitutifs mais aussi de l'architecture d'ensemble. Le composite pultrudé étudié ici ne se présente pas sous forme d'assemblage de plis. Ce qui élimine le dernier mode en délaminage. L'étude a donc consisté à identifier le mode d'endommagement primaire de ce matériau. Pour ce faire, un grand effort en termes de techniques expérimentales (parfois lourdes) a été entrepris. En effet, les prémices de l'endommagement sont observables à l'échelle locale, microscopique. Le plan du manuscrit a été donc élaboré pour suivre cette démarche, tout en gardant à l'esprit l'échelle macroscopique du composant industriel mis en considération.

Le premier chapitre présente la caractérisation expérimentale du composite unidirectionnel étudié. Ainsi, ce chapitre traite de l'élasticité du matériau composite supposé homogène. Nous cherchons, par méthode inverse, à identifier les coefficients élastiques du composite unidirectionnel. Enfin, une méthode analytique qui permet d'accéder aux contraintes au sein du matériau constituant la canalisation composite sous pression interne est exposée.

Le second chapitre montre que le matériau composite possède une microstructure hétérogène avec une variabilité inhérente au procédé de fabrication. Dans une première partie, différentes propriétés physico-chimiques de la matrice PA6 sont présentées. Une seconde partie est quant à elle dédiée à l'étude des variabilités microstructurales du matériau composite PA6FV. L'accent est mis sur une approche qui permet d'évaluer le confinement de la matrice.

Le troisième chapitre est quant à lui dédié à l'étude des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture du composite PA6FV. L'étude de ces phénomènes est réalisée par le biais d'une analyse fine de l'essai de compression diamétrale. Les mécanismes de déformation et d'endommagement observables à l'échelle macroscopique et microscopique sont ici présentés. Il s'avère que c'est l'endommagement matriciel qui est primordial. L'amorçage de cet endommagement dépendant de "l'environnement" plus ou moins confiné de la matrice dû à variabilité de la microstructure quantifiée dans le chapitre 2. Des observations tomographiques ont été mis en place et révèlent la formation et la propagation de réseaux complexes de fissures. Enfin, à l'aide d'éprouvettes CT, nous étudierons les mécanismes de propagation de fissure.

Le quatrième chapitre est consacré à la construction d'un modèle permettant de décrire le comportement du PA6. Celui-ci repose sur une base expérimentale fournie. En effet, outre des données du comportement macroscopique du PA6, il s'appuie sur des données expérimentales locales : les distributions de porosité. Ce modèle prend en compte le taux de porosité, relié à la triaxialité des contraintes. C'est avec ce modèle que la matrice confinée du composite renforcé en fibres de verre sera par la suite modélisée.

Le cinquième chapitre est consacré à la modélisation des phénomènes de fissuration transverse dans les matériaux composites. Une première partie est dédiée à l'établissement d'un critère permettant la propagation de fissures dans la microstructure modélisée. L'essai de compression diamétrale est ensuite modélisé à l'aide d'une approche multi-échelle macro-micro. L'étude de l'influence de la variabilité microstructurale sur les cinétique d'amorçage et de propagation est réalisée.

Le dernier chapitre présente une ouverture de l'approche proposée à d'autres applications. Dans un premier temps, l'ensemble des études réalisées dans cette thèse permet une estimation des pression d'amorçage des fissures pour le cas d'une canalisation composite sous pression. Ensuite, nous proposons d'adapter la démarche envisagée à différentes problématiques liées au projet CARENCO. Ainsi nous tentons de prédire l'amorçage et la propagation des fissures sur une canalisation composite lors de l'essai S4.

Chapitre 2

Eléments de calcul sur un tube sous pression interne

Ce chapitre présente dans un premier temps la mise en œuvre du matériau composite par pultrusion. La caractérisation expérimentale du composite unidirectionnel obtenu est ensuite abordée. Ainsi, ce chapitre traite de l'élasticité du matériau composite supposé homogène. Nous cherchons, par méthode inverse, à identifier les coefficients élastiques du composite unidirectionnel. Enfin, nous exposons une méthode analytique qui permet d'accéder aux contraintes au sein du matériau constituant la canalisation composite sous pression interne.

Sommaire

2.1 Un procédé innovant : la pultrusion réactive 18
2.1.1 Les débuts de la pultrusion des composites thermodurcissables 18
2.1.2 La pultrusion de composites thermoplastiques 18
2.2 Propriétés élastiques des composites thermoplastiques 20
2.2.1 Un matériau quasi-isotrope transverse 21
2.2.2 Identification directe de E_1 et ν_{12} 22
2.2.3 Approche inverse 23
2.3 Contraintes locales dans un tube sous pression interne 27
2.3.1 Tube homogène sous pression interne 27
2.3.2 Théorie élastique des stratifiés sur un tube 29
2.4 Conclusions 31

2.1 Un procédé innovant : la pultrusion réactive

2.1.1 Les débuts de la pultrusion des composites thermodurcissables

La pultrusion est un procédé de fabrication de matériaux composites en continu. Ce procédé de fabrication permet l'obtention de profilés dont les formes peuvent être complexes. Ces profilés sont la plupart du temps unidirectionnels même si certaines techniques permettent d'introduire un angle dans l'orientation des fibres ou des renforts tissés.

La pultrusion a été introduite dans le début des années 50 par un pionnier : Brandt Goldsworthy [Goldsworthy, 1954]. Dès 1953, il souhaitait répondre au besoin industriel de produire des pièces composites continues. Goldsworthy et Fred Landgraf [Goldsworthy and Landgraf, 1959] ont déposé le premier brevet sur la technique de pultrusion à partir d'une matrice thermodurcissable en 1959. Plus tard, Goldsworthy fonda Glastrusions, Inc, la première entreprise proposant un matériau composite pultrudé. Il déposera bien d'autres brevets sur cette technique dans les années 70 [Goldsworthy, 1971], [Goldsworthy, 1972]. Depuis lors cette technique n'a cessé d'évoluer. En 1992, la première conférence sur la pultrusion (World Conference on Pultrusion) s'est tenue à Bruxelles.

La figure 2.1(a) représente la pultrusion d'un composite à matrice thermodurcissable. Les mèches de fibres issues de différents bobinages sont rassemblées puis plongées dans un bain de matrice polymère liquide pour imprégnation. La qualité d'imprégnation va dépendre étroitement de la viscosité de la matrice polymère. C'est pourquoi la pultrusion est très utilisée dans le cas des composites thermodurcissables. En effet leurs viscosité de l'ordre de 1 à 10 Pa/s [Bunsell and Renard, 2005] est relativement faible. Les mèches de fibres vont ensuite passer à travers différentes opérations de chauffage et de compaction dans divers filières. La compaction au travers de filières va permettre d'augmenter le taux de fibres et de former le profil de la pièce composite. Les fibres imprégnées sont ensuite chauffées (90 à 150$°C$ en fonction de la matrice thermodurcissable) ce qui permet la réticulation de la matrice. Les fibres sont entraînées par un système de bandes transporteuses qui tirent les fibres (pull en anglais) d'où le nom pul-trusion. Cette technique permet une vitesse de production variant entre 0.6 et 1.2 m/min pour les matrices thermodurcissables ([Bunsell and Renard, 2005]).

Il existe d'autres techniques liées à la pultrusion des matrices thermodurcissables. Le bain de matrice liquide peut par exemple être substitué par un bain de résine sous forme de poudre.

2.1.2 La pultrusion de composites thermoplastiques

Ce procédé de fabrication a évolué pour s'adapter aux thermoplastiques. En effet, les viscosités des thermoplastiques ont un ordre de grandeur deux à trois fois supérieurs aux viscosités des thermodurcissables rendant difficile l'imprégnation des fibres. Pour résoudre ces problèmes d'imprégnation, différentes techniques sont alors mises au point. Leur objectif commun est de réduire les distances que le polymère sous forme liquide doit parcourir pour parfaitement imprégner toutes les fibres. Ainsi, l'utilisation de semi-produits se développe :

- Bandes pré-imprégnées.
- Mélanges de fibres de renfort avec des fibres de matrice.
- Renforts imprégnés par des poudres polymère.

Ces semi-produits sont composés de fibres et de matrice (solide) étroitement mélangés. On va alors chauffer le composite afin d'atteindre la température de fusion de la matrice. Un passage successif dans différentes filières parfois sous pression va permettre de mettre en forme le composite. Un refroidissement du matériau va alors solidifier la matrice et figer le composite.

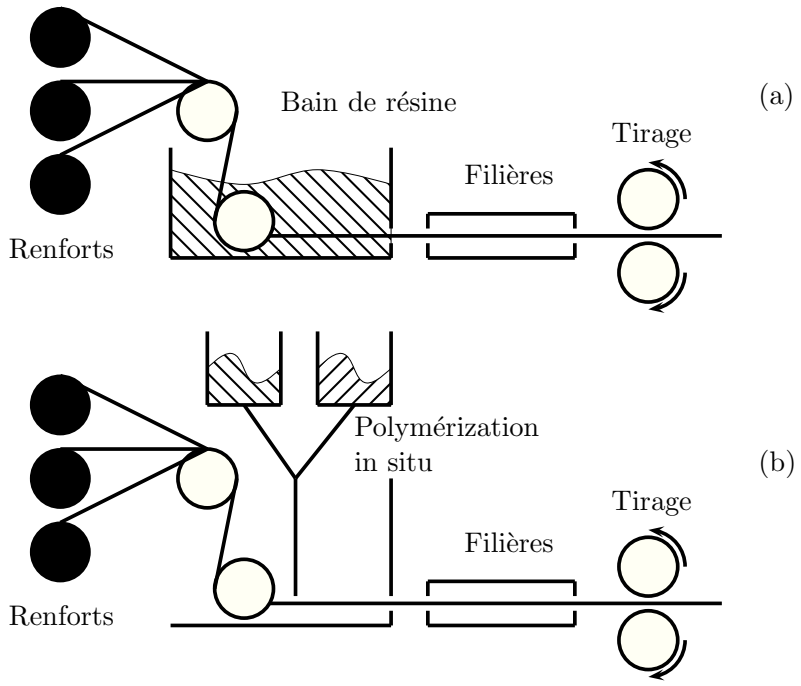


FIG. 2.1: (a) Schéma de principe de la pultrusion composite á partir d'une matrice thermodurcissable (d'après [Bunsell and Renard, 2005]). (b) Schéma de principe de la pultrusion "réactive".

Les bandes pré-imprégnées sont appropriées pour la confection de profilé de géométrie simple. Ainsi, Tomlinson et al. [Tomlinson and Holland, 1994] en 1994 étudient les propriétés mécaniques d'un composite à matrice polypropylène renforcée de fibres de verre issu d'une bande pré-imprégnée. Le taux de fibres atteint est 58% en masse. Ils observent une mauvaise interface fibres-matrice.

Le problème de la seconde technique repose sur la capacité à obtenir un mélange homogène de fibres de renfort et de fibres de matrice. Un mélange hétérogène conduit à des zones sèches (non imprégnées) dans le produit fini. Pour permettre un bon mélange, le diamètre des fibres de matrice doit se rapprocher au maximum de celui des fibres du renfort.

La technique d'imprégnation par poudres sèches fut développée par Price en 1973 [Price, 1973]. Cette imprégnation est réalisée par un passage des mèches de fibres dans un bain de poudre. Un dispositif de rouleau va écarter les fibres du renfort entre elles et permettre à la poudre d'imprégner la structure.

Les débuts de la pultrusion thermoplastique connaissent des difficultés. En effet, les vitesses de production sont trop faibles pour que les thermoplastiques soient économiquement compétitifs face aux composites thermodurcissables. En 1994, Tomlinson et al. [Tomlinson and Holland, 1994] produisent un composite à matrice thermoplastique. Leur procédé de fabrication permet une vitesse de production de seulement 4 mm/min. De plus, les propriétés mécaniques des composites à matrice thermoplastique restent bien souvent inférieures à celles des composites à matrice thermodurcissable [Åström et al., 1995].

Les premiers travaux concernant l'optimisation des paramètres du procédé de pultrusion thermoplastiques ont été publié en 1985 par Madenjian et al. [Madenjian et al., 1985]. Différents auteurs comme Wiedmer et al. [Wiedmer and Manolesos, 2006] et Carlsson et al. [Carlsson and Åström, 1998] ont étudié l'influence des paramètres du procédé de fabrication (vitesse d'entraînement, température de préchauffage, température de réticulation, ...) sur la réponse mécanique des matériaux composites

produits afin d'en améliorer les propriétés. Les vitesses de production augmentent, le thermoplastique devient compétitif et surpasse même les composites thermodurcissables. En effet, Miller et al. [Miller et al., 1998] produisent un composite à matrice PA12 renforcée de fibres de verre à une vitesse qui peut atteindre 10 mm/min. Le taux de fibres atteint avoisine les 50%, le taux de pores varie entre 1 et 4%.

Les résines thermodurcissables gourmandes en solvant sont considérées comme substances dangereuses, elles demandent des précautions de stockage, de manutention, de manipulation. Elles sont très sensibles au feu et sont, de plus, considérées comme dangereuses pour la santé. La pultrusion de ces matrices est gourmande en énergie : il faut atteindre des températures élevées pour la réticulation. Au contraire, les matrices thermoplastiques sont plus écologiques : il n'y a pas besoin de solvant, elles résistent à la corrosion chimique et à de plus hautes températures, elles présentent une meilleure ténacité et durabilité. Les composites à matrices thermoplastiques sont produits plus rapidement, et ils sont recyclables. On peut modifier leurs géométries après fabrication, les reformer. Toutes ces raisons conduisent les industriels à valoriser les composites thermoplastiques.

De plus les propriétés mécaniques des composites thermoplastiques augmentent. Wiedmer et al. [Wiedmer and Manolesos, 2006] mettent au point un composite à matrice PA12 renforcé de fibres de carbone. Le taux de fibres atteint est de 55% pour moins de 2% de taux de porosités. Nunes et al. [Nunes et al., 2013] obtiennent un taux de fibres de verre de 57% dans une matrice polypropylène. On développe même des composites pultrudés à matrices thermoplastiques et renforts naturels [de Velde and Kiekens, 2001].

2.2 Propriétés élastiques des composites thermoplastiques

En accord avec tous les partenaires, des échantillons de matrice thermoplastique semi-cristalline, le PolyAmide 6, renforcée par Fibres continues unidirectionnelles de Verre (PA6FV) ou de Carbone (PA6FC) ont été fabriqués par pultrusion réactive par la société CQFD Composites. Ce PA6FV est le principal matériau composite de l'étude en cours. Ce matériau a été fourni sous deux formes :

- Une bande continue de section (3.5×1.5) mm^2.
- L'amélioration permanente du procédé de fabrication a permis l'élaboration d'un PA6FV plus mature. Ainsi un jonc continu de 8 mm de diamètre a été fourni pour l'étude.

C'est sur ce jonc que nos efforts se sont concentrés. Parallèlement, CQFD et Arkema ont travaillé à l'élaboration d'un jonc PA6 fibres de carbone.

Les matériaux composites à matrice PA6 de cette étude sont produits par un procédé de fabrication innovant : la pultrusion réactive basée sur une polymérisation contrôlée in-situ. Dans ce procédé de fabrication, on va injecter les différents constituants de la matrice (monomères et catalyseurs de réaction) directement lors de la mise en forme du profilé (fig. 2.1(b)). La réaction mise en œuvre est une réaction de polyaddition anionique. On profite alors de la faible viscosité du monomère non polymérisé ce qui permet une excellente imprégnation des fibres. Des taux de fibres très importants sont atteints (aux environs de 70%) pour des taux de porosités faibles (environ 1.2%).

Nous nous intéressons aux propriétés mécaniques globales des matériaux étudiés. On souhaite identifier, par méthode inverse, les propriétés mécaniques élastiques du PA6FV. Ces propriétés sont des éléments clefs pour les industriels du projet puisqu'elles permettent de prendre en compte le comportement élastique du composite. Ces coefficients élastiques ont été déterminés lors d'un partenariat avec le Centre d'Etude sur les Matériaux Composites Avancés pour les Transports (CEMCAT). Les essais mécaniques nécessaires à l'identification des coefficients ont été réalisés au Centre des Matériaux. Les simulations numériques ont été réalisés par le CEMCAT.

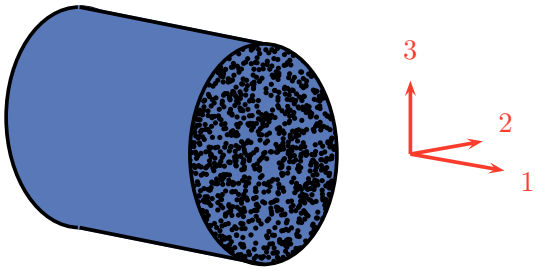


FIG. 2.2: Schéma du jonc composite avec son repère local. La direction 1 est parallèle à l'orientation des fibres.

2.2.1 Un matériau quasi-isotrope transverse

Le PA6FV produit par le procédé de pultrusion réactive est un matériau unidirectionnel. Les fibres de verre sont alignés dans la même direction. On peut alors à priori parler de composite isotrope transverse ou quasi-isotrope transverse. L'élasticité du premier se caractérise à l'aide de 5 coefficients indépendants, celle du second par 6. Les propriétés mécaniques dans les directions perpendiculaires à l'axe d'orientation des fibres sont isotropes. La figure 2.2 représente le jonc composite avec son repère matériau local. La direction 1 correspond à l'orientation des fibres dans le composite unidirectionnel. La matrice de souplesse élastique $[S]$ reliant les contraintes aux déformations du matériau composite par la relation $\{\epsilon\} = [S]\{\sigma\}$ et en se référant à la notation de Voigt est :

$$\begin{Bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \epsilon_4 \\ \epsilon_5 \\ \epsilon_6 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{Bmatrix} \tag{2.1}$$

Les coefficients S_{ij} s'expriment grâce aux différents modules élastiques :

$$\begin{cases} S_{11} = \frac{1}{E_1} \\ S_{22} = \frac{1}{E_2} \\ S_{33} = S_{22} \\ S_{12} = \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ S_{13} = S_{12} \\ S_{23} = \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ S_{44} = \frac{1}{G_{23}} \\ S_{55} = S_{66} \\ S_{66} = \frac{1}{G_{12}} \end{cases} \tag{2.2}$$

avec E_i module d'Young dans la direction i, ν_{ij} coefficient de Poisson dans les directions (ij) et G_{ij} modules de cisaillement dans les directions (ij). On a également la relation : $\frac{-\nu_{ij}}{E_i} = \frac{-\nu_{ji}}{E_j}$. Pour le cas de l'isotropie transverse, on a de plus une combinaison linéaire sur S_{44} :

$$S_{44} = 2(S_{22} - S_{23}) \tag{2.3}$$

Les matrices de souplesse et rigidité sont reliés par la relation : $[C] = [S]^{-1}$. Il faut alors identifier E_1, E_2, ν_{12}, ν_{23}, G_{12} et G_{23} afin de décrire le comportement élastique du matériau composite et déterminer s'il est isotrope transverse ou quasi-isotrope transverse.

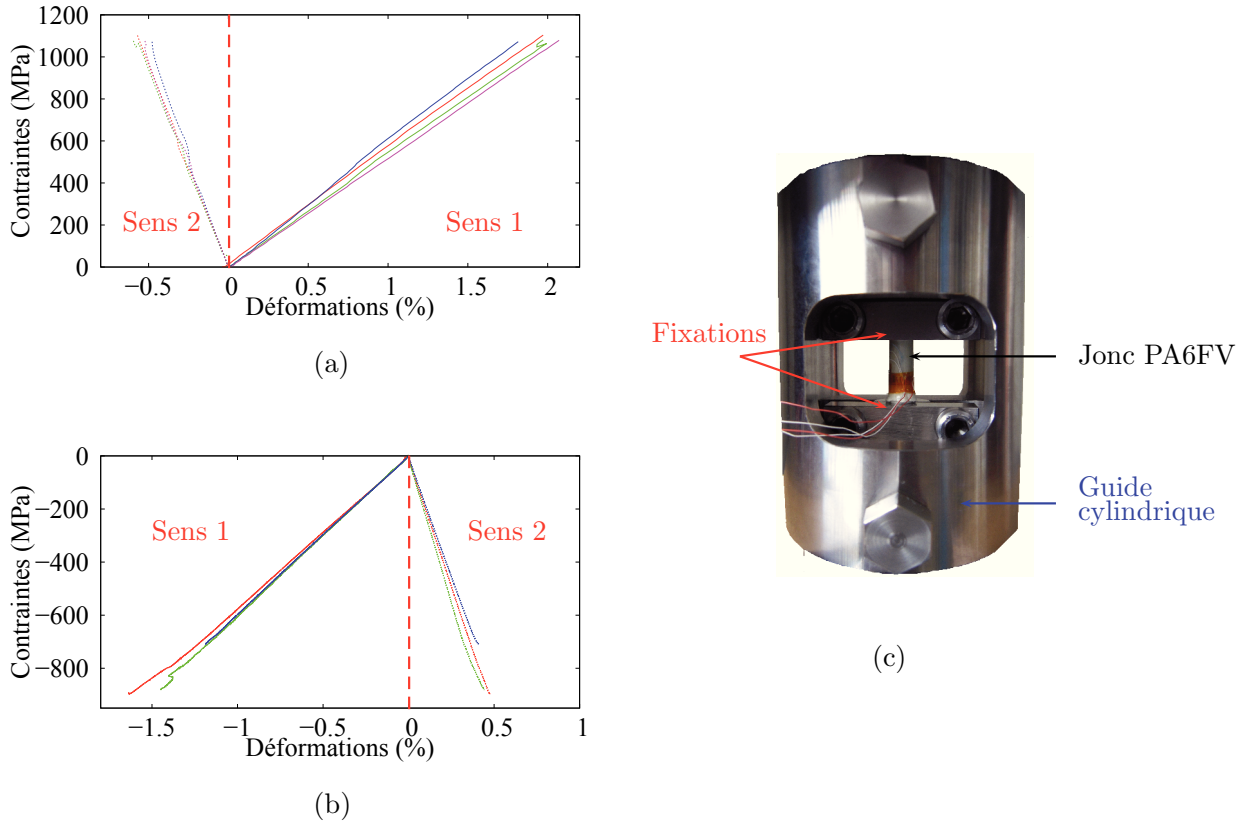


FIG. 2.3: (a) Courbes de contraintes/déformations en traction sur bande PA6FV dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (b) Courbes de contraintes/déformations en compression sur jonc PA6FV dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (c) Montage expérimental de compression sur jonc.

2.2.2 Identification directe de E_1 et ν_{12}

Certains des précédents coefficients peuvent être identifiés directement par des essais expérimentaux. En effet, des essais de traction monotone ont tout d'abord été effectués sur des éprouvettes lisses unidirectionnelles de PA6FV afin de déterminer E_1 et ν_{12}. Ces essais ont été réalisés dans le sens longitudinal des fibres sur des éprouvettes de section (35×1.5) mm^2. Le déplacement longitudinal a été mesuré à l'aide d'un extensomètre de longueur nominale $L_0 = 25$ mm, tandis que les déformations transverses sont enregistrées à l'aide d'une jauge extensométrique de 10 mm de long.

Les courbes de contraintes / déformations sont représentées sur la figure 2.3(a). Les résultats indiquent un module d'Young longitudinal E_1 moyen d'une valeur de 56 ± 5.9 GPa, tandis que la valeur moyenne du coefficient de Poisson ν_{12} associée est 0.28 ± 0.02.

Ces résultats ont été validés par une campagne d'essais de compression dans le sens longitudinal des fibres (sens 1, parallèle aux fibres) sur jonc composite. Un montage expérimental (fig. 2.3(c)) a été mis au point afin de réaliser ces essais. Les joncs composites de 50 mm de long sont encastrés dans deux systèmes de fixation. Ces systèmes sont composés de deux demi-coquilles. Les fixations coulissent parfaitement dans le guide cylindrique métallique. Ainsi le plateau de chargement transmet une force parfaitement parallèle à l'axe longitudinal du jonc.

Ces essais ont été réalisés sur machine Instron pilotée en déplacement à 2 mm/min. Une cellule

de charges permet d'enregistrer les efforts appliqués. Chacune des éprouvettes est instrumentée de deux jauges extensométriques similaires à celles utilisées précédemment (une jauge dans la direction des fibres, l'autre en sens transverse) montées en quart de pont. Ces jauges permettent de mesurer la déformation élastique dans le sens des fibres (sens 1) induite par le chargement de compression (déformation négative) ainsi que la déformation élastique en sens transverse (sens 2) issue du gonflement (déformation positive) du jonc (effet tonneau élastique).

Les courbes de contraintes / déformations sont représentées sur la figure 2.3(b). Les résultats indiquent un module d'Young longitudinal E_1 moyen d'une valeur de 56 ± 3 GPa, tandis que la valeur moyenne du coefficient de Poisson ν_{12} associée est 0.31 ± 0.02. On remarque alors que les courbes sont parfaitement linéaires.

On notera que la contrainte à rupture n'est pas significative ici. En effet, les éprouvettes sont encastrées dans des demi-coquilles aux deux extrémités. Ainsi lorsque le matériau se déforme il est surcontraint dans les demi-coquilles. La rupture a alors lieu juste à l'extérieur des systèmes de fixation.

Néanmoins les propriétés élastiques E_1 et ν_{12} ont bien été identifiées.

2.2.3 Approche inverse

Afin d'identifier les autres coefficients élastiques, nous avons choisi de réaliser deux autres types d'essais :

- La flexion simple (trois points d'appuis) sur jonc composite. En faisant varier la distance entre les points d'appuis (poutre longue et courte) on va chercher à solliciter le jonc composite de différentes façons : en traction / compression et en cisaillement.
- L'essai de compression diamétrale de jonc (cet essai sera détaillé dans le chapitre 4. La compression se fait ici dans le sens transverse aux fibres.

Les montages expérimentaux ainsi que les essais mécaniques ont été réalisés au Centre des Matériaux.

Ces essais mécaniques ont alors été simulés par éléments finis sur le logiciel commercial Abaqus®. Ces simulations ont été réalisées au CEMCAT.

Détermination des essais mécaniques à réaliser

Un premier plan d'expérience a été mis en place au CEMCAT à l'aide du logiciel ModeFRONTIER® afin de définir les conditions expérimentales optimales à l'identification des paramètres élastiques. On cherche par trois types d'essais (flexion poutre courte, flexion poutre longue et compression diamétrale) à identifier les 4 coefficients élastiques restants. Les paramètres d'entrée du plan d'expérience sont :

- Les 4 coefficients élastiques à identifier. On indique des bornes minimales et maximales pour les valeurs des coefficients à identifier. Un soucis particulier est apporté afin que les bornes données respectent les restrictions sur les coefficients d'élasticité [Berthelot, 1992].
- La longueur entre appuis pour la flexion simple.

L'espace expérimental est rempli par une distribution de Sobol [Sobol, 1967]. Cette distribution permet d'optimiser le remplissage de l'espace expérimental et ainsi d'obtenir un remplissage homogène.

Les différents cas sont alors simulés séparément. On peut alors étudier la sensibilité des différents paramètres d'entrée sur la réponse mécanique (la raideur), ainsi que la sensibilité des paramètres entre eux ce qui nous permet de choisir les expériences à réaliser. Ainsi l'étude montre :

- E_2 influe à plus de 83% et G_{23} à 11.3% la raideur de l'essai de compression diamétrale.
- G_{12} impacte à plus de 50% la raideur en flexion sur jonc avec une distance entre appuis de 50 mm.
- E_1 influe à plus de 76% la raideur en flexion sur jonc avec une distance entre appuis de 180 mm.

La réalisation de ces différents essais permet de balayer l'ensemble des modules caractérisant le comportement élastique du jonc PA6FV.

Essais expérimentaux

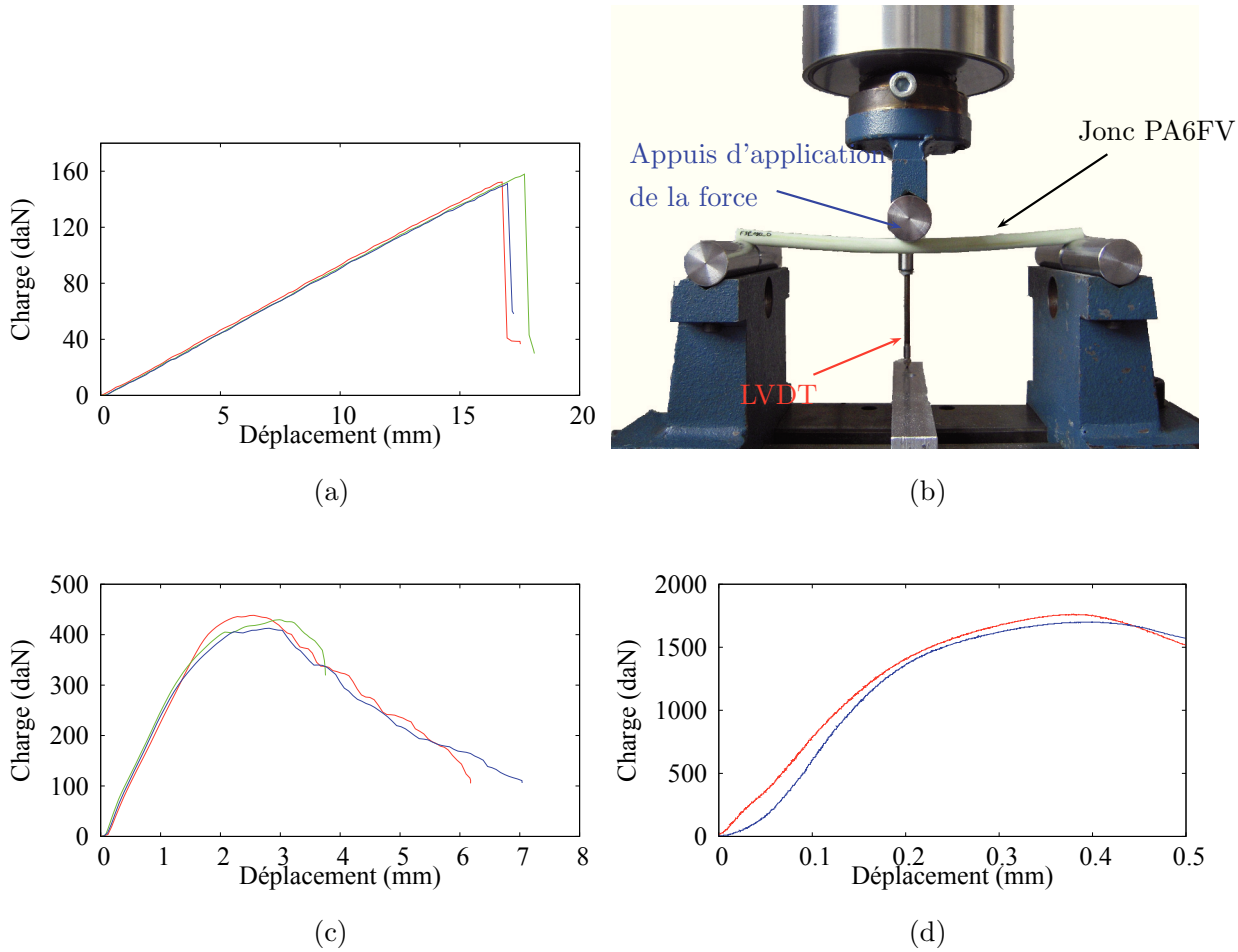


FIG. 2.4: (a) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FV 180 mm entre appuis. (b) Montage expérimental de flexion trois points. (c) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FV 50 mm entre appuis. (d) Courbes expérimentales de compression diamétrale.

Les essais expérimentaux ont été réalisés au Centre des Matériaux. La figure 2.4(b) montre le montage de flexion mis au point au Centre des Matériaux. Celui-ci est fixé au bâti d'une machine de traction Instron. La distance entre appuis peut être facilement ajustable. Les trois appuis sont constitués de cylindres métalliques dans lesquels est usiné une rainure circulaire correspondant au diamètre des joncs (8 mm). Un Linear Variable Differential Transformer (LVDT) est utilisé afin de mesurer le déplacement appliqué : la flèche. Le pilotage des essais de flexion (180 mm et 50 mm entre appuis) s'effectue en déplacement imposé à une vitesse de 3.75 mm/min. Une cellule de charge permet d'enregistrer la force résultante du jonc composite. La figure 2.4(a) représente les résultats de flexion obtenus pour une distance entre appuis de 180 mm tandis que la figure 2.4(c) montre les résultats de flexion obtenus pour une distance entre appuis de 50 mm. On ne va s'intéresser ici qu'au comportement élastique du jonc et non pas aux modes de rupture. On peut évaluer la rigidité en flexion des joncs (pente de la partie élastique). Les résultats pour les joncs PA6FV sont les suivants :

- Rigidité en flexion 180 mm entre appuis : 8.97 ± 0.11 daN/mm.
- Rigidité en flexion 50 mm entre appuis : 240.76 ± 9.54 daN/mm.

Ces essais de flexions sont bien reproductibles. Il y a peu de dispersion expérimentale sur l'évaluation des rigidités en flexion.

Des essais de compression diamétrale ont également été effectués. Ces essais ont été réalisés simplement en chargeant des joncs de 40 mm de longueur entre deux plateaux de compression métallique. On verra par la suite (cf. chapitre 4) qu'un montage expérimental spécifique a été mis au point. On peut alors suivre d'une part l'évolution de l'endommagement par l'utilisation d'instrument optique (cf. figure 2.6) et d'autre part suivre le déplacement appliqué (déplacement traverse) par rapport à la charge résultante grâce à une cellule de charge. Ici encore on pilote en déplacement à une vitesse de 2 mm/min. La figure 2.4(d) montre les courbes déplacements appliqués charges mesurées.

On remarque tout d'abord une dispersion expérimentale plus importante. Le domaine purement élastique est moins bien marqué à cause d'une non-linéarité qui apparaît dès le début des courbes. Ces non-linéarités sont probablement le résultat de "micro-déplacements" et rotations du jonc qui se met en place lors du début de chargement. A cela il faut ajouter la rugosité du jonc qui fait que le contact jonc / plateau de chargement n'est pas parfait en début d'essai. Néanmoins on peut estimer la rigidité en compression transverse à : 8400 ± 1500 daN/mm.

Ces essais servent de base expérimentale à l'identification des coefficients de la matrice de rigidité.

Détermination des coefficients

On peut alors reprendre le plan d'expérience précédemment évoqué. Pour chaque couple de coefficients, les essais sont simulés. On compare alors les réponses simulées avec les réponses expérimentales. On réalise une simulation multi-objectifs (on cherche à simuler les réponses des trois essais) grâce à l'utilisation d'un algorithme génétique. Ceci nous permet d'affiner les coefficients. ModeFRONTIER® peut alors représenter le front de Pareto [Horn et al., 1994]. C'est une surface des réponses qui correspond à la solution au problème multi-objectifs posé. Le front de Pareto représente alors l'ensemble des minima locaux solution du problème. C'est alors à l'utilisateur de choisir parmi ce front de solutions la réponse optimale. C'est par exemple ici le respect des restrictions sur les coefficients d'élasticité [Berthelot, 1992].

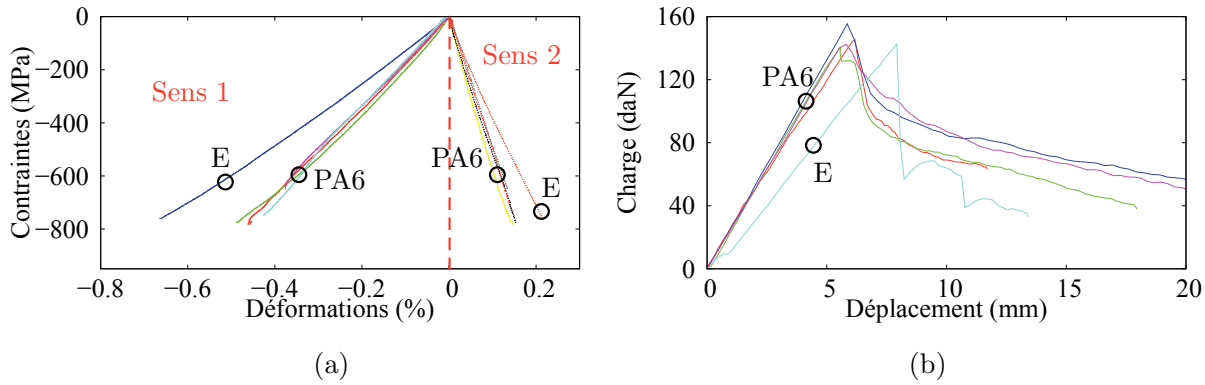
Le CEMCAT a retenu les coefficients suivants : $E_1 = 56000$ MPa, $E_2 = 4597$ MPa, $\nu_{12} = 0.31$, $\nu_{23} = 0.42$, $G_{12} = 5490$ MPa et $G_{23} = 6874$ MPa. Ce matériau composite peut finalement être considéré comme un matériau quasi-isotrope transverse. En effet, comme nous le verrons par la suite, ce matériau possède des défauts au sein même de sa microstructure qui peuvent en perturber le comportement élastique.

Effets de la matrice sur les mécanismes de rupture

Cette campagne expérimentale a été l'occasion de tester des joncs composites à matrice PA6 renforcée en fibres de carbone. Nous avons également eu l'opportunité de comparer ces joncs PA6FC avec un jonc composite à matrice thermodurcissable (époxy) renforcée en fibres de carbone (époxy-FC) fabriqué par pultrusion.

La figure 2.5(a) montre les courbes de contraintes / déformations pour une compression de joncs PA6FC et époxy-FC dans le sens des fibres (sens 1) et dans le sens transverse (sens 2). Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales que pour les joncs PA6FV. Le module d'Young en compression mesuré est 168 ± 7 GPa pour le PA6FC et seulement 116 GPa pour le jonc d'époxy-FC. Les coefficients de Poisson associés sont respectivement 0.33 ± 0.02 pour le jonc de PA6FC et également 0.33 pour l'époxy-FC. Le PA6FC possède donc un module élastique plus élevé ce qui est probablement dû à un taux de fibres supérieur à celui de l'époxy-FC. En effet le procédé de pultrusion réactive permet d'atteindre des taux de fibres très élevés.

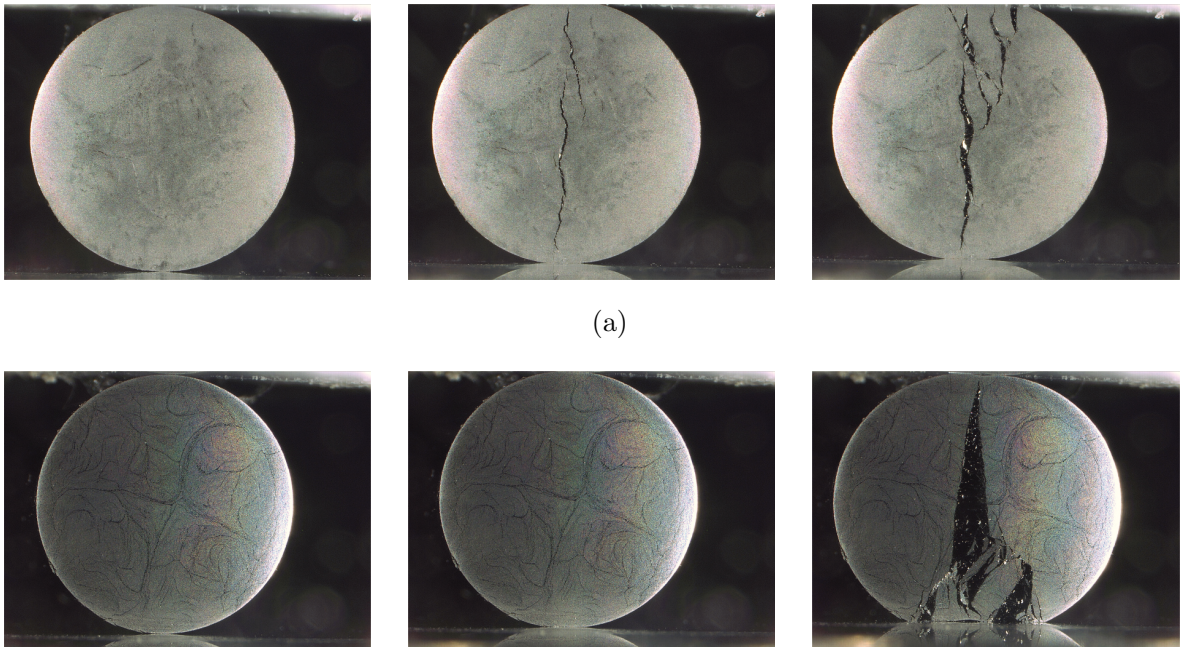
La figure 2.5(b) représente les résultats d'essais de flexion sur des joncs PA6FC et époxy-FC avec 180 mm entre appuis. Ces essais ont été effectués dans les mêmes conditions expérimentales que pré-



(a) (b)

FIG. 2.5: (a) Courbes de contraintes/déformations en compression sur joncs PA6FC (PA6) et époxy-FC (E) dans le sens 1. Les déformations induites dans le sens 2 sont également représentées. (b) Courbes expérimentales de flexion sur jonc PA6FC (PA6) et époxy-FC (E) avec 180 mm entre appuis.

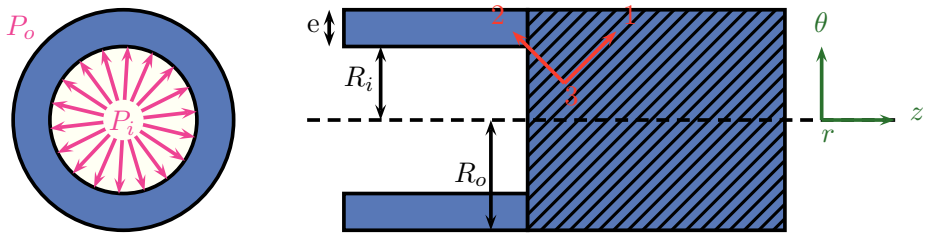
cédemment sur les joncs PA6FV. On constate une grande différence dans le comportement à rupture entre composite à matrice PA6 et composite époxy. D'un côté le jonc époxy-FC possède un comportement à rupture très fragile, on constate une importante chute de charge. De l'autre côté, les joncs PA6FC ont un comportement à rupture plus ductile. En effet, on peut observer une chute progressive de la charge. La différence de comportement à rupture entre matrice thermoplastique et matrice thermodurcissable semble donc importante.



(a)

(b)

FIG. 2.6: (a) Compression diamètrale sur PA6FC. (b) Compression diamètrale sur époxy-FC.



(a) (b)

FIG. 2.7: Tube sous pression interne. (a) Coupe transverse du tube sous pression interne. (b) Coupe longitudinale du tube. Le repère (r, θ, z) représente le repère global du tube. Le repère $(1, 2, 3)$ représente le repère local matériau.

Au cours de cette thèse, un essai expérimental particulier a été étudié : la compression diamétrale. Cet essai permet de solliciter le comportement transverse du composite dans deux directions. C'est ainsi un essai qui permet de prendre en compte les mécanismes de déformation et d'endommagement transverses qui ont lieu lorsqu'une canalisation composite est mise sous pression.

Des essais de compression diamétrale ont également été effectués sur les joncs à fibres de carbone. Un dispositif d'observation composé d'un microscope digital Keyence a été mis en place afin de pouvoir observer la formation des fissures dans les joncs. La figure 2.6(a) montre un jonc PA6FC en cours de chargement en compression diamétrale. On peut ici voir apparaître différentes fissures orientées parallèlement à l'axe de chargement. La matrice PA6, ductile à température ambiante, nous permet de suivre la formation des fissures.

A l'inverse, la figure 2.6(b) présente un jonc d'époxy-FC en cours de chargement. La propagation de la fissure est ici soudaine. La matrice thermodurcissable est bien plus fragile et cassante.

Au travers de ces essais, on commence à percevoir la différence de comportement, des mécanismes de déformation et d'endommagement entre composites à matrice thermodurcissable et thermoplastique.

2.3 Contraintes locales dans un tube sous pression interne

2.3.1 Tube homogène sous pression interne

Cette section a pour but d'exposer une solution analytique, donc facile et rapide à mettre en place afin de résoudre des problèmes à géométrie tubulaire sous pression interne. La géométrie considérée est représentée sur la figure 2.7. Le tube est défini par son rayon intérieur R_i et son rayon extérieur R_e séparés par l'épaisseur du matériau e. Le tube est soumis à une pression interne P_i et une pression externe P_o (ici la pression atmosphérique). Nous considèrerons ici deux cas :

- Les extrémités sont libres, aucun effort ne s'applique suivant l'axe du tube. C'est le cas de la canalisation infinie.
- Les extrémités sont bloquées, un effort s'applique alors suivant l'axe du tube. C'est le cas du réservoir sous pression.

Le repère (r, θ, z) est un système de coordonnées cylindriques d'axe z, axe du tube : c'est le repère global de la structure. Le repère $(1, 2, 3)$ est un système de coordonnées cartésiennes. La direction 1 correspond à la direction des fibres. C'est un repère local matériau. Le passage du repère global au repère local s'effectue par une rotation d'angle Φ, angle d'enroulement des fibres.

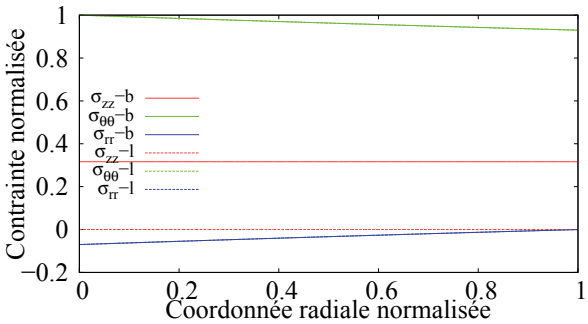


FIG. 2.8: Contraintes axiales, tangentielles et radiales calculées dans l'épaisseur d'un tube sous pression. Influences des diffèrentes conditions aux limites.

On cherche à déterminer dans un premier temps le champ de contraintes qui agit sur la structure dans le repère global. On considère alors le tube comme matériau homogène élastique isotrope. Les équations de la mécanique des milieux continus permettent d'exprimer les contraintes globales σ_{rr}, $\sigma_{\theta\theta}$ et σ_{zz} [Forest et al., 2006] :

$$\begin{cases} \sigma_{rr} = A - \frac{B}{r^2} \\ \sigma_{\theta\theta} = A + \frac{B}{r^2} \\ \sigma_{zz} = C \end{cases} \tag{2.4}$$

où A, B et C sont des constantes d'intégration.

Pour identifier les constantes A et B, on utilise les conditions aux limites qui portent sur σ_{rr} en $r = R_i$ et $r = R_e$:

$$\begin{cases} \sigma_{rr}(R_i) = A - \frac{B}{R_i^2} = -P_i \\ \sigma_{rr}(R_e) = A - \frac{B}{R_e^2} = -P_e \end{cases} \tag{2.5}$$

On trouve alors :

$$\begin{cases} A = \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \\ B = \frac{P_i - P_e}{R_e^2 - R_i^2} R_i^2 R_e^2 \end{cases} \tag{2.6}$$

Selon les deux cas indiqués :

- Les extrémités du tube sont libres. On a alors $\sigma_{zz} = 0$ et $C = 0$
- Les extrémités du tube sont bloquées. Tout déplacement axial est bloqué. On a alors $\sigma_{zz} = 2\nu A$, ν coefficient de Poisson du matériau.

Cette approche permet alors d'estimer facilement les contraintes globales du tube. La figure 2.8 représente les contraintes globales normalisées définies par :

$$\frac{\sigma_{ij}}{\sigma_{\theta\theta}(R_i)} \tag{2.7}$$

où σ_{ij} représente chacune des contraintes σ_{rr}, $\sigma_{\theta\theta}$ et σ_{zz}. Ces contraintes sont calculées en fonction des coordonnées radiales normalisées $\frac{r-R_i}{R_o-R_i}$. Les deux cas : extrémités bloquées et libres ont été pris en compte. Les indices b et l correspondent respectivement au cas "bloqué" et "libre".

On remarque que les contraintes σ_{rr} et $\sigma_{\theta\theta}$ ne sont pas homogènes dans l'épaisseur du tube. En conclusion, les contraintes σ_{rr} sont des contraintes de compression (signe négatif) suivant l'épaisseur

de tube. Ces contraintes de compression sont maximales en $r = R_i$ et décroissent (en valeur absolue) vers $r = R_o$. Le tube est soumis à de fortes contraintes de traction $\sigma_{\theta\theta}$. L'orientation de ces contraintes est tangentielle à l'axe du tube. Ceux sont des contraintes associées au gonflement du tube mis sous pression. Ici encore, les contraintes sont maximales en $r = R_i$. La contrainte $\sigma_{\theta\theta}$ est décroissante dans l'épaisseur et vers l'extérieur du tube. Enfin, suivant les conditions aux limites, une contrainte axiale σ_{zz} constante peut venir faire travailler en traction le tube suivant son axe principal.

Ainsi, une simple approche analytique réalisée sur un tube supposé homogène élastique sous pression interne révèle que la structure est sollicitée suivant trois directions. Les contraintes sont multiaxiales.

2.3.2 Théorie élastique des stratifiés sur un tube

Afin de dimensionner le tube composite sous pression on peut s'appuyer sur les travaux fournis de la littérature allemande. Puck et al., a publié plus de 11 papiers traitant de la théorie des stratifiés sur géométrie tubulaire entre 1963 et 1974. Néanmoins très peu de ces travaux ont été publiés en anglais (à l'exception de [Puck and Schneider, 1969]). J.H. Greenwood publie en 1977 un article qui synthétise les travaux de Puck [Greenwood, 1977]. Puck propose une analyse des contraintes et des déformations dans chacun des plis qui constituent le matériau composite. Il s'intéresse également aux contraintes thermiques résiduelles issues de la température nécessaire à la polymérisation. La démarche proposée s'inscrit dans la théorie classique des stratifiés. On fixe alors l'architecture du composite. Ici on considère un composite à deux plis d'angle Φ et $-\Phi$.

La première hypothèse de Puck et al. [Puck and Schneider, 1969] consiste à considérer l'état de contraintes constant dans l'épaisseur du stratifié. Il peut alors établir les propriétés du plis (dans le repère (123)) par une simple loi des mélanges des constituants du pli. Puck et al. proposent une loi des mélanges semi-empirique. Elle est valable pour une matrice époxy à renfort de fibres de verre.

Il est alors possible de calculer les matrices de souplesse $[S]$ et de rigidité $[C]$ d'un pli. Sous l'hypothèse des déformations planes (ϵ_3, ϵ_4 et $\epsilon_5 = 0$), la loi de Hooke s'exprime :

$$\begin{Bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ \epsilon_6 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ 0 \\ 0 \\ \sigma_6 \end{Bmatrix} \tag{2.8}$$

avec $[C] = [S]^{-1}$ est la rigidité.

Le calcul précédent, réalisé sur un tube homogène sous pression permet d'exprimer le tenseur des contraintes $\{\sigma\}_{r,\theta,z}$ dans le repère global. Celui-ci est associé à un tenseur des déformations lui-même exprimé dans le repère global : $\{\epsilon\}_{r,\theta,z}$. On rappelle alors que repères global et local sont liés par une rotation d'angle Φ, angle d'orientation des fibres par rapport à l'axe z du tube. En se référant à la notation de Voigt, on peut introduite deux matrices de passage : $[T_\sigma]$ et $[T_\epsilon]$. Ainsi, il est possible d'exprimer les matrices des contraintes et des déformations du repère local en fonction de celles du repère global :

$$\begin{cases} \{\sigma\}_{1,2,3} = [T_\sigma]\{\sigma\}_{r,\theta,z} \\ \{\epsilon\}_{1,2,3} = [T_\epsilon]\{\epsilon\}_{r,\theta,z} \end{cases} \tag{2.9}$$

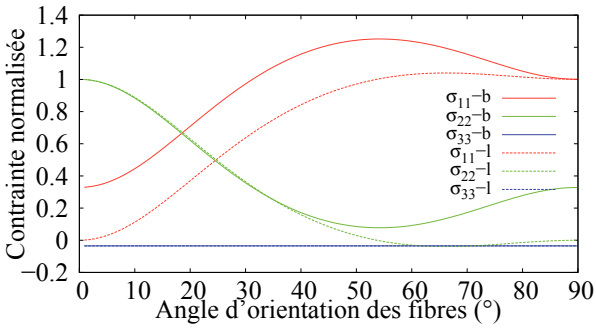


FIG. 2.9: Etude analytique : influence de l'orientation des fibres. Contraintes calculées dans le repère du pli composite. Influence de l'orientation des fibres.

les matrices de passage s'écrivent :

$$[T_\sigma] = \begin{bmatrix} m^2 & n^2 & 0 & 0 & 0 & 2mn \\ n^2 & m^2 & 0 & 0 & 0 & -2mn \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & m & -n & 0 \\ 0 & 0 & 0 & n & m & 0 \\ -mn & mn & 0 & 0 & 0 & m^2-n^2 \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad [T_\epsilon] = \begin{bmatrix} m^2 & n^2 & 0 & 0 & 0 & mn \\ n^2 & m^2 & 0 & 0 & 0 & -mn \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & m & -n & 0 \\ 0 & 0 & 0 & n & m & 0 \\ -2mn & 2mn & 0 & 0 & 0 & m^2-n^2 \end{bmatrix} \tag{2.10}$$

avec $m = cos(\Phi)$ et $n = sin(\Phi)$ et Φ l'angle d'enroulement des plis.

On peut alors exprimer les matrices de souplesse et de rigidité de chacun des plis dans le repère global du tube. En effet, dans le repère des plis :

$$\begin{cases} \{\sigma\}_{1,2,3} = [C]_{1,2,3}\{\epsilon\}_{1,2,3} \\ \{\epsilon\}_{1,2,3} = [S]_{1,2,3}\{\sigma\}_{1,2,3} \end{cases} \tag{2.11}$$

on réalise ensuite le passage entre repères global et local à l'aide des équations (2.9) :

$$\begin{cases} [T_\sigma]\,\{\sigma\}_{r,\theta,z} = [C]_{1,2,3}[T_\epsilon]\{\epsilon\}_{r,\theta,z} \\ [T_\epsilon]\,\{\epsilon\}_{r,\theta,z} = [S]_{1,2,3}[T_\sigma]\{\sigma\}_{r,\theta,z} \end{cases} \tag{2.12}$$

On réarrange les expressions précédentes :

$$\begin{cases} \{\sigma\}_{r,\theta,z} = [T_\sigma]^{-1}[C]_{1,2,3}[T_\epsilon]\{\epsilon\}_{r,\theta,z} \\ \{\epsilon\}_{r,\theta,z} = [T_\epsilon]^{-1}[S]_{1,2,3}[T_\sigma]\{\sigma\}_{r,\theta,z} \end{cases} \tag{2.13}$$

Finalement, on exprime les matrices de souplesse et de rigidité dans le repère global : $[S]_{r,\theta,z}$ et $[C]_{r,\theta,z}$ en fonction de celles connues, exprimées dans le repère local : $[S]_{1,2,3}$ et $[C]_{1,2,3}$.

$$\begin{cases} [C]_{r,\theta,z} = [T_\sigma]^{-1}[C]_{1,2,3}[T_\epsilon] \\ [S]_{r,\theta,z} = [T_\epsilon]^{-1}[S]_{1,2,3}[T_\sigma] \end{cases} \tag{2.14}$$

On considère alors la souplesse du stratifié $[S^s]$ (dans le repère global) comme étant la somme des souplesses des plis, pondérés par l'épaisseur de chacun d'eux. On peut donc facilement récupérer les contraintes locales dans chacun des plis.

Le jeu de paramètres élastiques expérimentalement déterminé nous donne alors accès à la matrice de souplesse $[S]$. On peut alors exprimer les contraintes dans le repère des plis. La figure 2.9 montre

les contraintes normalisées $\frac{\sigma_{ij}}{\sigma_{22}(\Phi=0)}$ avec σ_{ij} les contraintes qui s'appliquent dans le repère du pli et $\sigma_{22}(\Phi = 0) = 137$ MPa, en fonction de l'angle d'enroulement du pli autour de l'axe z du tube. Il est alors possible d'apprécier l'influence de l'orientation des plis sur la réponse mécanique élastique du tube sous pression. Traditionnellement, l'orientation optimale du pli est choisie lorsque $\frac{\sigma_{11}}{\sigma_{22}(\Phi=0)}$ est maximal c'est à dire quand les contraintes sont principalement reprisent par les fibres.

Conditions aux limites	Angle (°)	$\frac{\sigma_{11}}{\sigma_{22}(\Phi=0)}$	$\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{22}(\Phi=0)}$	$\frac{\sigma_{33}}{\sigma_{22}(\Phi=0)}$
Bloqué	0	0.33	1	0.04
	90	1	0.33	0.04
	55	1.25	0.07	0.04
Libre	0	0	1	0.04
	90	1	0	0.04
	66	1.04	0.04	0.04

Tab. 2.1: Contraintes locales normalisées dans les plis du composite

Pour chacune des conditions aux limites nous nous intéressons à trois cas :
- L'enroulement est à 0° par rapport à l'axe du tube. Les fibres sont alors orientées suivant l'axe du tube. Les deux plis du composites considérés ici possèdent alors la même orientation.
- L'enroulement du composite est réalisé à 90° par rapport à l'axe du tuyau. Ici aussi, les deux plis composites ont alors la même orientation.
- L'enroulement est optimal : 55° pour les bords bloqués et 66° pour les bords libres. Les deux plis composites sont alors à plus ou moins la valeur de l'enroulement optimal.

Le rapport des contraintes (en valeur absolue) pour chacun de ces trois cas est reporté dans le tableau 2.1. Nous allons à la fin de ce manuscrit déterminer s'il y a amorçage de fissures transverses dans la matrice pour certains de ces cas.

2.4 Conclusions

Dans une première partie, nous avons présenté le procédé de fabrication du composite unidirectionnel. Ce chapitre a ensuite été l'occasion de traiter en détail l'élasticité du matériau composite de l'étude. En effet, les 6 coefficients d'élasticité indépendants du PA6FV, composite quasi-isotrope transverse ont été déterminés par méthode inverse : $E_1 = 56000$ MPa, $E_2 = 4597$ MPa, $\nu_{12} = 0.31$, $\nu_{23} = 0.42$, $G_{12} = 5490$ MPa et $G_{23} = 6874$ MPa. De plus, les essais mis ici en œuvre ont permis de montrer qu'il existe une différence entre les mécanismes de déformation et d'endommagement des composites à matrice thermodurcissable et ceux des composites à matrice thermoplastique. Enfin, un modèle analytique permettant de calculer les contraintes locales dans les plis d'une canalisation composite supposée homogène sous pression a été présenté. Ce modèle, couplé aux différents résultats de cette thèse nous permet dans le chapitre 7 de calculer des pressions d'amorçage de fissures dans la canalisation composite.

Chapitre 3

Etude de la microstructure et de sa variabilité

Dans le chapitre précédent, nous avons considéré le matériau composite comme matériau homogène. Nous allons dans cette partie, montrer que le composite possède une microstructure hétérogène avec une variabilité inhérente au procédé de fabrication. On présente dans la première partie différentes propriétés physico-chimiques de la matrice PA6. La seconde partie est quant à elle dédiée à l'étude des variabilités microstructurales du matériau composite PA6FV. L'objectif de ce chapitre est de rassembler des connaissances sur la microstructure du matériau composite afin de réaliser par la suite un modèle réaliste de celle-ci.

Sommaire

3.1 La matrice PA6 . . . . . **34**
3.1.1 Elaboration du PA6 34
3.1.2 Température de transition vitreuse et taux de cristallinité 35
3.2 Le matériau composite PA6FV : une grande variabilité microstructurale **36**
3.2.1 De l'observation à la quantification 36
3.2.2 Distribution des diamètres de fibres 40
3.2.3 Distribution du taux de fibres 42
3.2.4 Une mesure du confinement 43
3.2.5 Porosités 46
3.3 Conclusions **50**

3.1 La matrice PA6

3.1.1 Elaboration du PA6

Les polyamides sont des polymères qui contiennent le groupe amide (-CO-NH-) de façon récurrente dans la chaîne macromoléculaire. Les polyamides les plus commercialisés sont les polymères synthétiques linéaires qui sont capables d'être formés en fibres. Ces polymères sont communément appelés Nylons®.

Le développement commercial des Nylons® est le résultat des travaux de recherche fondamental sur la polymérisation qui débutèrent en 1929 par Wallas Hume Carothers [Carothers, 1929], chimiste américain de la compagnie DuPont. Il synthétise, en premier, le PA6,6 en 1935 [Carothers, 1938]. La commercialisation du Nylon® 6,6 débute en 1938 sous la forme des célèbres bas Nylons®. Les premiers PA6,6 moulés sont produits en 1941. Néanmoins le polymère ne sera utilisé en grandes quantités sous cette forme que dans les années 50. Le succès du nylon® 6,6 poussa les centres de recherche à développer des polymères qui échappent aux brevets de DuPont. C'est ainsi que l'entreprise Allemande Farbenindustrie développa le polyamide 6 dont la production débutera en 1940.

Il existe deux méthodes qui permettent de synthétiser le PA6.

La première, la plus courante est basée sur l'ouverture des cycles de caprolactame par hydrolyse. Une mixture de caprolactame, d'eau (5 à 10 % en masse) et d'acide acétique (environ 1%) est portée à 250 °C et est mise sous pression (1.5 MPa). Ces conditions expérimentales permettent la réaction d'hydrolyse des cycles de caprolactame et ainsi la polymérisation du PA6. Cette réaction parfaitement décrite par Saunders [Saunders, 1973] est représentée sur la figure 3.1. Comme toute réaction de polymérisation, elle se décompose en deux phases : l'initiation et la propagation. L'initiation consiste en l'ouverture des cycles de caprolactame. La propagation est la construction des chaînes polymères. Ici, deux phénomènes sont en concurrence :

- Une réaction entre groupes amines et carboxyles.
- Une réaction de polymérisation par ouverture de cycles.

Cette réaction donne environ 10% de matériau à bas poids moléculaire qu'il faut éliminer.

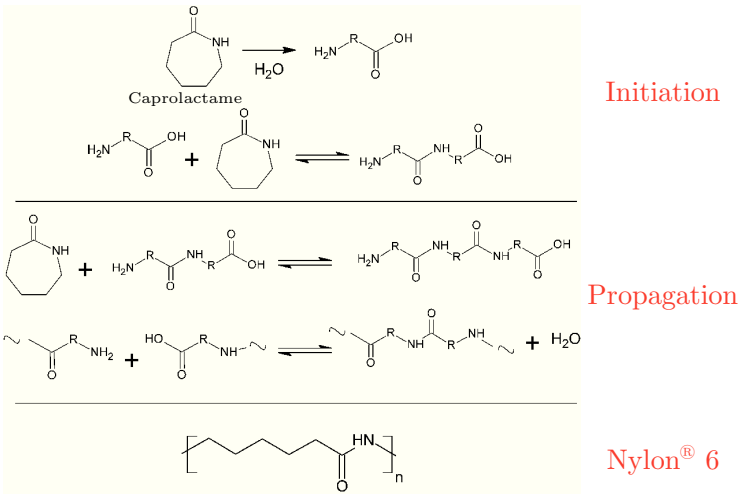


Fig. 3.1: Polymérisation par ouverture hydrolytique de cycle de l'ϵ-caprolactame.

Une autre technique peut être employée afin de synthétiser le PA6. Celle-ci permet une polymérisation in-situ durant la mise en forme du matériau. Ce procédé est possible grâce à une rapide polyméri-

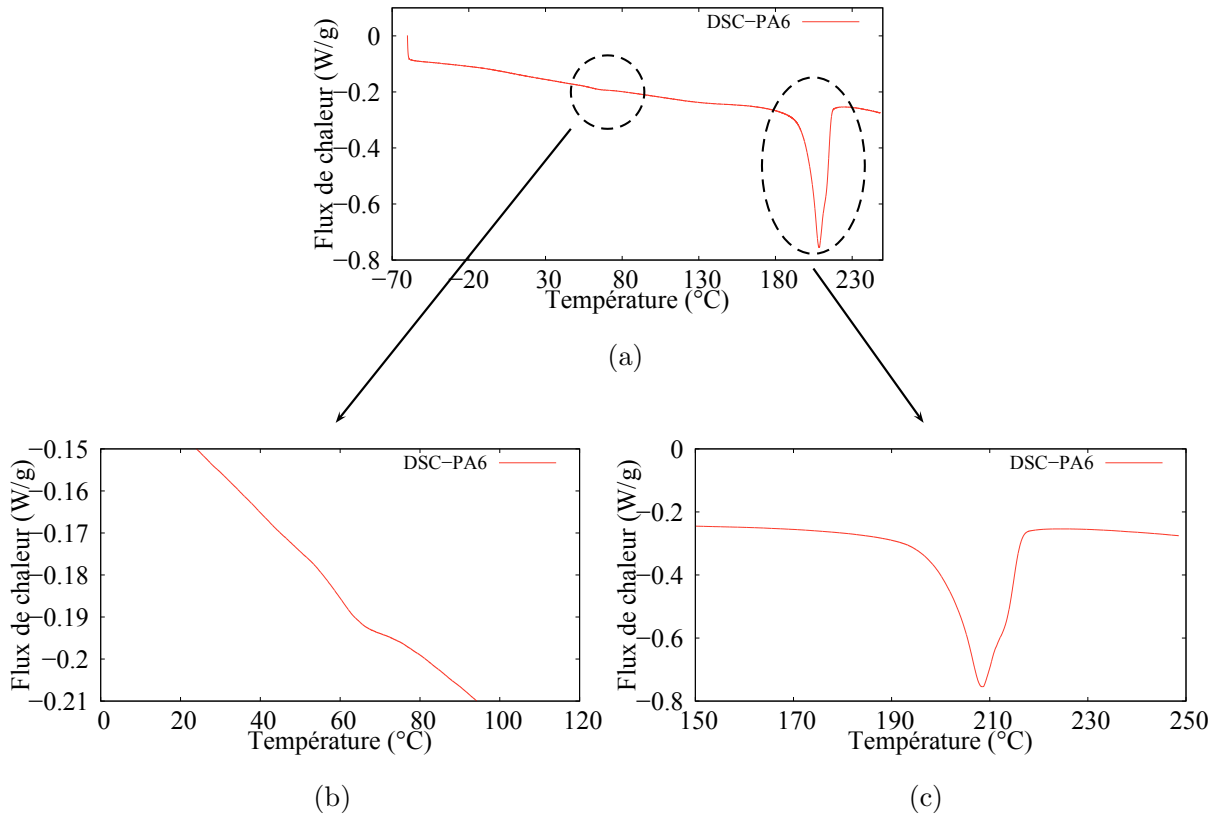


FIG. 3.2: (a) Thermogramme de DSC, flux de chaleur (W/g) en fonction de la température (°C). (b) Zoom sur le domaine de transition vitreuse (T_g). (c) Zoom sur le domaine de fusion (T_f).

sation due à l'utilisation de catalyseurs anioniques. Les schémas réactionnels des polymérisations anioniques sont bien plus compliqués que celui d'ouverture de cycle par hydrolyse. Différents catalyseurs peuvent être utilisés ainsi que différents réactifs [Udipi et al., 1997], [Crespy and Landfester, 2005]. Le matériau PA6, matrice polymère du composite étudié est issu d'une réaction de polyaddition anionique in-situ.

3.1.2 Température de transition vitreuse et taux de cristallinité

La technique de calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry) DSC permet la mesure d'une quantité physique : la chaleur spécifique. Le principe de base repose sur la mesure simultané du flux de chaleur d'un échantillon testé et d'une référence, tout deux soumis aux mêmes sollicitations thermiques. La différence de température entre référence et échantillon est mesurée par thermocouple puis convertie en flux de chaleur. On s'intéresse alors à la différence de flux de chaleur. Cette technique donne accès à différentes caractéristiques : enthalpie de fusion, températures de transitions, taux de cristallinité...

Les échantillons testés n'ont pas subi de procédure de déshydratation. Une rampe thermique de 5 °C/min est appliqué entre −60 °C et 250 °C. Un thermogramme DSC d'un échantillon PA6 est présenté sur la figure 3.2(a). Le domaine de transition vitreuse bien que peu marqué est présenté sur la figure 3.2(b). La plage de température de la transition vitreuse mesurée est 56 °C $< T_g <$ 64 °C. La technique de MDSC (Modulated Differential Scanning Calorimetry) qui superpose une oscillation

sinusoïdale de la température à la rampe peut permettre une accentuation de la transition vitreuse [Regrain, 2007].

La fusion est une transition endothermique. Le polymère semi-cristallin passe de l'état solide à l'état liquide grâce à l'énergie fournie par le chauffage. Pour les matériaux polymères, la fusion s'effectue sur une plage étendue de température du fait que toutes les cristallites ne sont pas similaires. La température de fusion T_f est prise comme étant la température minimale du pic de fusion. La figure 3.2(c) représente le domaine de fusion pour le PA6. La température de fusion mesurée est environ 208 °C.

Grâce au domaine de fusion, l'indice de cristallinité peut être déterminé. Pour cela il faut mesurer l'aire du pic de fusion ΔH_{exp}. L'indice de cristallinité vaut alors :

$$\chi_c = \frac{\Delta H_{exp}}{\Delta H_m} \tag{3.1}$$

où ΔH_m est l'enthalpie de fusion du polymère totalement cristallisé. L'enthalpie de fusion est disponible dans la littérature. La littérature offre néanmoins différentes valeurs d'enthalpie ΔH_m en fonction de la méthode de mesure, de la température... Kohan [Kohan, 1973], Bose [Bose et al., 2007] et Mark [Mark, 2007] proposent une enthalpie du PA6 totalement cristallisé de 188.3, 204.8 et 158.8 J/g respectivement. Ces valeurs d'enthalpies donnent un indice de cristallinité χ_c de 36.3, 34.7 et 44.8 %. Pour la suite de l'étude, nous considérerons que le PA6 analysé possède une cristallinité moyenne $\chi_c = 38.6$ %.

On constate alors que ces valeurs expérimentales diffèrent légèrement de celles utilisées par Regrain et al. [Regrain et al., 2009], Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b] et Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] qui étudient le comportement d'un autre grade de PA6, qu'on notera ici PA6-R. En effet, le PA6-R a sa plage de transition vitreuse aux alentours de 53 °C, une température de fusion de 219 °C et un taux de cristallinité χ_c de 43 %. Ce dernier paramètre nous intéresse tout particulièrement puisque, nous le verrons par la suite, il intervient dans la loi de comportement du polymère semi-cristallin. Ainsi cette mesure expérimentale de l'indice de cristallinité du PA6 permet de réaliser un recalage cohérent de la loi de comportement établie par Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013].

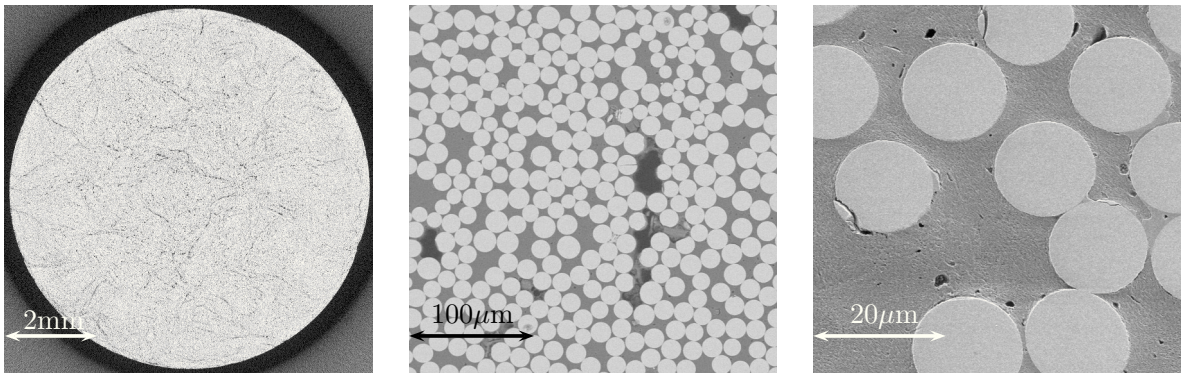
3.2 Le matériau composite PA6FV : une grande variabilité microstructurale

Nous allons nous intéresser dans cette partie à l'étude des variabilités microstructurales qui existent au sein du semi-cristallin renforcé en fibres de verre.

3.2.1 De l'observation à la quantification

Le matériau étudié est un polymère thermoplastique semi-cristallin, le polyamide 6 (PA6), renforcé en fibres de verre (FV) continues unidirectionnelles. Ce matériau PA6FV a été fourni par l'industriel CQFD Composites sous deux formes. La première est une bande continue de section (3.5×1.5) mm^2. La seconde est un jonc continu de 8 mm de diamètre. Ce matériau composite (ThermoGlass®) est produit par un procédé de fabrication innovant : la pultrusion réactive basée sur une polymérisation contrôlée in-situ. Ce procédé de fabrication permet d'améliorer le composite : l'imprégnation des fibres est augmentée grâce à la faible viscosité des monomères comparée à celle du polymère. Ainsi, des taux de fibres importants sont atteints (environ 70 % en volume).

Les figures 3.3(a), 3.3(b) et 3.3(c) sont des clichés montrant la microstructure du PA6FV à différentes échelles. Chacun de ces clichés a été pris sur les joncs composites. Deux techniques d'imageries



(a) (b) (c)

FIG. 3.3: Polyamide 6 renforcé de fibres de verre. (a) Coupe de tomographie-X d'un cliché reconstruit ; (b) et (c) images MEB avec différents grandissements.

ont ici été utilisées.

La première technique utilisée est la tomographie aux rayons X. Ce nom vient du grec *tomos* (section) et *graphein* (écrire). C'est une méthode non-destructive qui permet l'étude de la composition et de la structure interne d'un objet en trois dimensions à l'aide de plusieurs images (coupes) radiographiques. Les rayons X traversant l'objet étudié sont atténués en fonction de la densité massique locale de l'objet. Cette atténuation est mesurée et forme la coupe radiographique. En faisant tourner l'objet sur lui-même on obtient un grand nombre de radiographies, ce qui permet d'identifier localement la densité massique du matériau étudié. Ces clichés sont ensuite numériquement traités, c'est l'étape de reconstruction. Un algorithme de reconstruction "filtered back projection" (FBP) permet d'optimiser la qualité des images reconstruites [Lenoir, 2006][1].

Des scans de tomographie-X ont été réalisés sur les joncs composites PA6FV au microtomographe du laboratoire Navier. Une résolution spatiale (taille de voxel) de 5.1 μm^3 est possible grâce à l'utilisation d'une source de rayon X micro-foyer de tension d'accélération 230 keV maximale et de 1 mA d'intensité maximale, couplé à un détecteur "flat panel" Paxscan Varian 2520 V 1920 $\times$ 1560 pixels. Pour notre matériau composite, la tension d'accélération choisie est 100 keV et 50 μA, la vitesse d'acquisition est de 2 images par seconde. 6 projections moyennées permettent l'obtention d'un coupe radiographique. Le volume de matériau composite scanné représente approximativement $8 \times 8 \times 5$ mm^3. En conséquence, il est possible d'observer les coupes transverses du jonc complet sur une hauteur de 5 mm.

La figure 3.3(a) est une coupe transverse d'un scan reconstruit. Ce cliché montre une alternance de tâches plus ou moins sombre au milieu des fibres qui apparaissent blanches. Les tâches les plus sombres correspondent à des "porosités". Les tâches grisées sont des zones de matrice dénuées de fibres. On peut remarquer que les tâches sombres forment des zones courbées et sont peut-être le résultat du procédé de compaction des mèches de fibres durant la fabrication du jonc composite. En effet les séparations des mèches peuvent laisser des espaces où la matrice s'engouffre créant ainsi ces zones pauvres en fibres.

La seconde technique d'imagerie utilisée est la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Cette technique bien plus courante présente néanmoins quelques difficultés pour l'étude d'un matériau composite à matrice polymère. En effet, le polymère non conducteur est très sensible à l'échauffement.

[1] Le microtomographe du laboratoire Navier utilisé pour ces expériences est financé par la Région Île-de-France, la Fédération Francilienne de Mécanique et l'école des Ponts Paristech.

Les MEB thermoélectroniques classiques utilisent des tensions d'accélération de dizaines de kiloVolts (kV) qui chauffent grandement les polymères. Il est donc nécessaire de réaliser une forte métallisation de l'échantillon ce qui va au détriment des détails qu'il est possible d'observer. Les MEB à effet de champs permettent de travailler sous des tensions moindre ce qui augmente les qualités d'observation [Marcellan, 2003], [Regrain, 2007]. Les clichés MEB présentés ont été réalisés sur un microscope à effet de champs Zeiss Gemini 982. Les échantillons sont métallisés grâce à un dépôt d'or-palladium d'environ 3 nm.

Les figures 3.3(b) et 3.3(c) sont des clichés MEB réalisés sur des coupes transverse de joncs PA6FV. La figure 3.3(b) montre une grande variabilité du matériau. En effet on remarque une distribution du diamètre des fibres, une distribution du taux de fibres et une "macro-porosité" initiale. Une seconde population de porosité peut être observée sur la figure 3.3(c). Cette seconde population de défaut est qualifiée de "micro-porosité" du fait de sa faible dimension.

Ces deux techniques possèdent chacune des avantages et des inconvénients divers. La première technique utilisée, la tomographie, a l'avantage de ne nécessiter aucune préparation particulière de l'échantillon. Cette technique est, de plus, non destructive si l'intensité de la source de rayons X est judicieusement adaptée à la nature du matériau. Il va s'en dire que le rayonnement doit être assez faible pour ne pas dégrader la matrice polymère. En revanche, dépouiller les clichés de tomographie demande du temps : il faut reconstruire, à l'aide d'algorithmes, la microstructure 3D issue des différents clichés réalisés. Il faut de plus de grandes capacités de stockage numérique, ainsi que des logiciels adaptés à la visualisation en 3D. Réaliser un cliché complet de tomographie (360°) demande entre une vingtaine de minutes pour les dispositifs expérimentaux les plus avancés technologiquement (à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) par exemple) et plusieurs heures (3 à 4) pour les microtomographes de laboratoire. Ainsi, réaliser un cliché de tomographie demande du temps de fonctionnement machine. De plus, la résolution est ici complètement dépendante des paramètres expérimentaux définis par l'utilisateur, des propriétés de la source et de la taille de l'échantillon.

La seconde technique utilisée, l'observation par MEB est bien plus courante. Cette technique demande une préparation longue des surfaces des échantillons si l'on souhaite obtenir des images de qualité. Il faut polir les matériaux à l'aide de différents tapis de polissage pour avoir une surface adaptée à la technique d'imagerie. Chacun des clichés MEB présentés ici sont issus d'échantillons ayant subi environ 2 à 3 heures de préparation. Cette technique est bien évidemment destructive puisqu'on vient abraser la surface de l'échantillon lors du polissage. Ainsi, certains défauts qui apparaissent sur l'image 3.3(c), comme par exemple des fibres cassés, peuvent être imputés à la préparation des échantillons. Cette technique a l'avantage de pouvoir aller bien plus loin en résolution que la tomographie. Elle permet de pouvoir observer la matière à une très petite échelle. De plus, il est facile de changer de résolution, d'échelle d'observation à tout moment en réglant la distance de travaille et le grandissement. Enfin, les images 2D issues de l'imagerie MEB est directement utilisable pour analyse.

Ces deux techniques d'analyses ont été ici utilisées afin de pouvoir correctement observer et quantifier toute la variabilité microstructurale. En effet, la résolution de la tomographie ne permet pas ici de parfaitement dissocier chacune des fibres entre elles. Ainsi la technique MEB qui possède une meilleure résolution a été utilisée pour étudier les variabilités liées aux fibres. Les défauts sont quand à eux parfaitement observable et quantifiable à l'aide de la tomographie. Finalement ces deux techniques sont complémentaires et permettent d'auto-valider les observations réalisées.

La quantification des variabilités microstructurale a été rendue possible grâce à l'analyse d'image. Les logiciels Matlab® et son "image analysis toolbox" ainsi que Scipy (Scientific tools for python) ont été utilisés. Les opérations de bases liées à la morphologie mathématique : érosion, dilatation, ouverture, fermeture, seuillage et filtre uniforme [Coster and Chermant, 1989] ont été utilisées afin de traiter correctement les images. Chaque traitement est spécifique à l'information que l'on souhaite

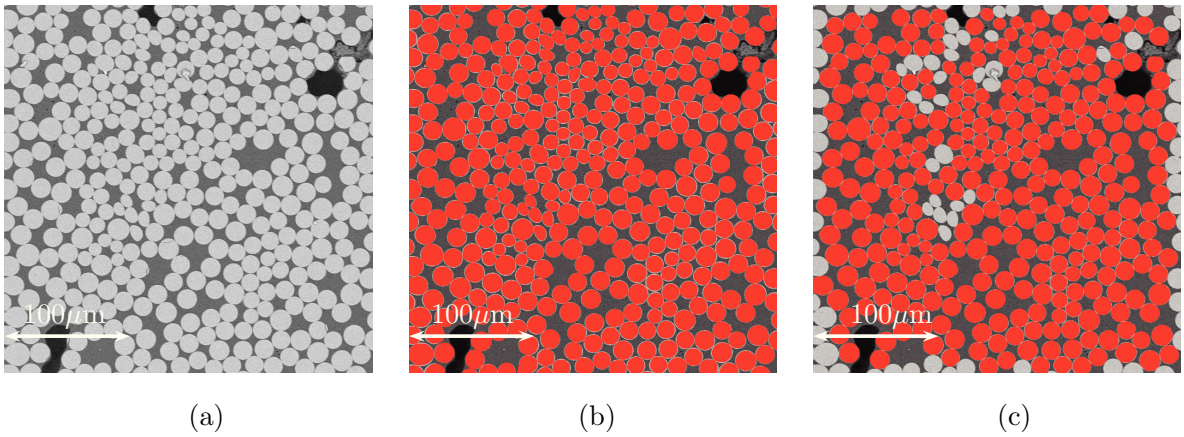


FIG. 3.4: (a) Image MEB non traitée. (b) Seuillage pour calcul du taux de fibre. (c) Seuillage pour calcul des diamètres de fibre.

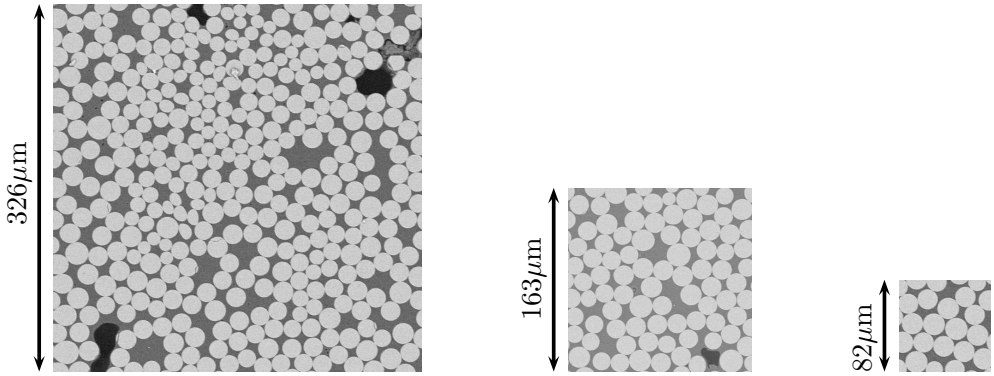


FIG. 3.5: Tailles de VER morphologique considérés.

retirer d'une image. Par exemple, la figure 3.4(a) représente la microstructure que l'on souhaite analyser. Si l'on cherche à analyser le taux de fibres, il faut prendre en compte toutes les fibres présentes dans l'image comme le montre la figure 3.4(b). Au contraire si l'on souhaite étudier la distribution des diamètres de fibres, il ne faut s'intéresser qu'aux fibres entièrement présentes dans l'image. Il faut donc exclure celles en bordure d'image. De plus, on considère qu'il faut exclure également les fibres qui ne forment pas d'ellipse comme le montre la figure 3.4(c).

Nous nous sommes focalisés sur trois tailles différentes de microstructure afin d'aprécier la convergence des mesures effectuées et ainsi tenter de définir un volume élémentaire représentatif (VER) morphologique. Les différentes tailles sont représentées sur la figure 3.5. Ces images sont issues de 36 clichés MEB réalisés sur différentes coupes de joncs composite. De chacun de ces clichés MEB a été tirée une surface de taille 326 μm. Ces VER ont ensuite été divisés en VER de taille 163 et 82 μm. Il a ensuite été réalisé un tirage aléatoire afin de sélectionner 36 microstructures de chacune de ces deux tailles. Nous obtenons ainsi un échantillon de 36 invividus pour chacune des trois tailles considérées.

Nous allons nous intéresser dans un premier temps aux mesures relatives aux fibres. En effet, les

mesures de distributions des tailles de fibres, du taux de fibres, des distances entre plus proches voisins et de l'élancement ont été réalisées.

3.2.2 Distribution des diamètres de fibres

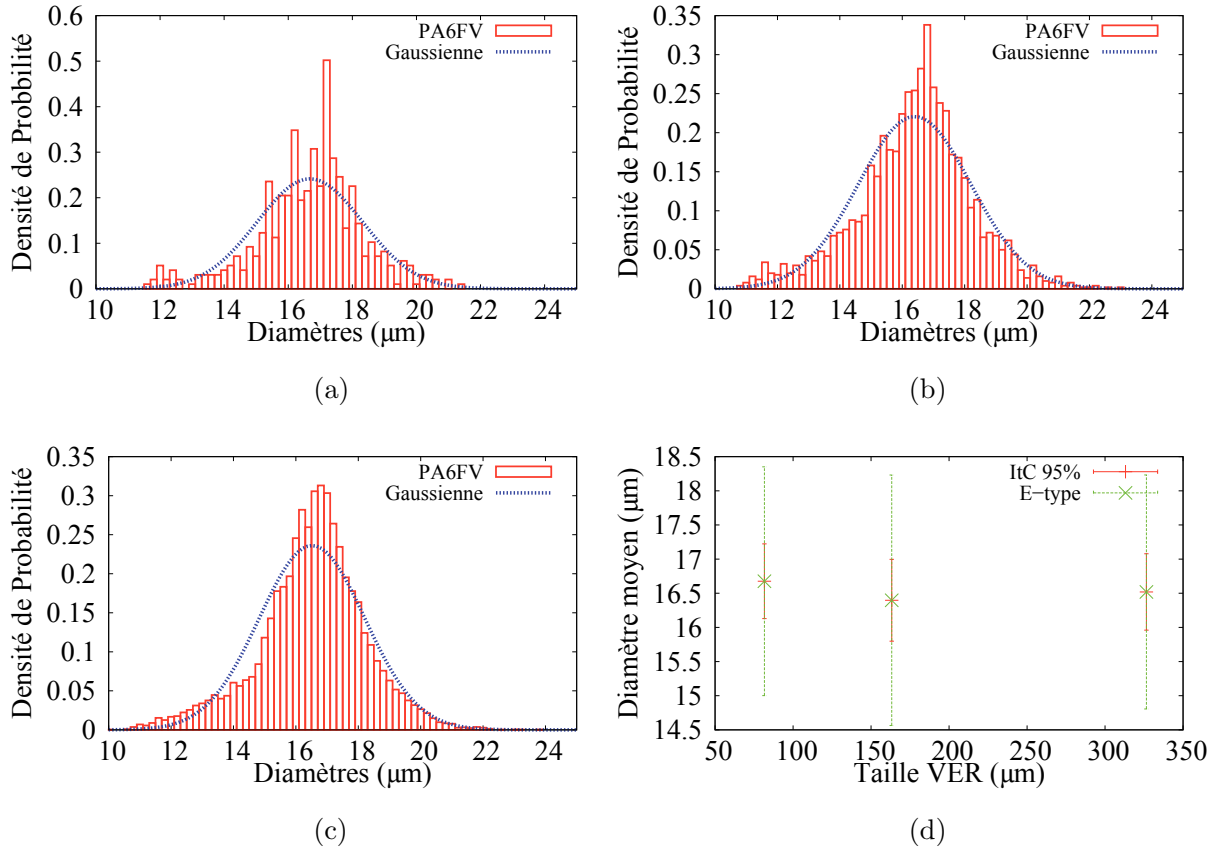
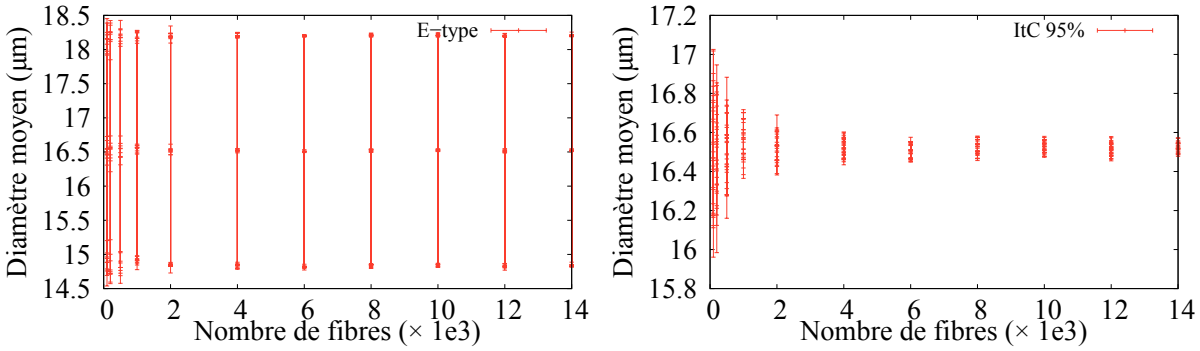


FIG. 3.6: (a), (b) et (c) Densité de probabilité associée aux valeurs des diamètres de fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement. (d) Moyennes, écart-types et intervalles de confiance à 95% du diamètre de fibre en fonction de la taille du VER.

A l'aide de l'analyse d'image, les diamètres des fibres ont été mesurés sur chacun des VER. On assimile chaque section de fibre à un disque dont on mesure la surface (en pixels). On se ramène ensuite très facilement à la valeur du diamètre de la fibre. Les densités de probabilités sont représentées sur la figure 3.6 pour chacunes des trois tailles de microstructures considérées. On rappellera ici que la densité de probabilité permet de représenter la loi de probabilité. L'intégrale de la densité de probabilité vaut 1. Par exemple, si l'on cherche la probabilité pour que le diamètre d'une fibre prise aléatoirement dans la microstructure soit compris entre 16 et 18 μm, il suffit de sommer l'aire des histogrammes compris entre ces deux valeurs. Les figures 3.6(a), (b) et (c) représentent la densité de probabilité des diamètres de fibres pour une taille de VER de 82 μm, 163 μm et 326 μm respectivement. On constate que l'on peut approcher chacune des distributions par une loi normale : $\mathcal{N}(\mu_d; \sigma_d)$ ou μ_d et σ_d représentent respectivement la valeur moyenne et l'écart-type des distributions. Le tableau 3.1 récapitule chacune de ces valeurs. Afin d'apprécier la convergence des résultats, nous nous sommes intéressés à deux indicateurs : la moyenne et son écart-type d'une part et la moyenne et son intervalle de confiance à 95 % d'autres part. En effet, tandis que l'écart-type va nous renseigner sur la dispersion statistique



(a) (b)

FIG. 3.7: Estimation du diamètre moyen. (a) Moyennes et écart-types en fonction du nombre de fibres tirées aléatoirement. (b) Moyenne et intervales de confiance à 95% en fonction du nombre de fibres tirées aléatoirement.

autour de la moyenne, l'intervalle de confiance permet l'évaluation de la précision de l'estimation de la moyenne. Le calcul d'intervalle de confiance effectué n'est valide que pour les distributions pouvant s'approcher par une loi normale. La figure 3.6(d) présente diamètre des fibres moyens, écarts-types et intervalles de confiance pour chacune des tailles de VER étudiées. Concernant le diamètre des fibres, il est difficile d'apprécier la convergence de la valeur moyenne en fonction de la taille du VER étudié.

Taille VER	Diamètre des fibres		Taux de fibres	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
82	16.7	1.6	66.2	3.3
163	16.4	1.8	65.9	2.7
326	16.5	1.7	65.4	2.5

TAB. 3.1: Récapitulatif statistique des VER (μm)

Une base de données comprenant la valeur de plus de 11000 diamètres de fibres a été constituée. Afin d'estimer plus précisément la valeur moyenne du diamètre des fibres, un tirage aléatoire a été réalisé. On tente ici d'apprécier la précision de la valeur moyenne mesurée en fonction du nombre de fibres tirées. L'étape de tirage aléatoire a été réalisée dix fois pour chaques nombres de fibres fixés. Les figures 3.7(a) et (b) montrent les résultats obtenus. Ces figures permettent également d'apprécier la complémentarité entre écart-type et intervalle de confiance. En effet, la figure 3.7(a) représente le diamètre moyen et l'écart-type mesuré. On constate que la valeur de l'écart-type converge très rapidement. En effet l'écart-type n'évolue presque plus après 1000 fibres tirées. Le graphique 3.7(b) représente le diamètre moyen et l'intervalle de confiance calculé. On constate ici que l'analyse de 4000 à 6000 fibres est suffisante afin d'obtenir une bonne précision du diamètre moyen.

Le nombre de fibres analysées sur les 36 clichés de la plus petite taille de VER (82 μm) est 8153. Il y a donc déjà une bonne précision dans l'estimation du diamètre moyen pour la plus petite taille de VER, c'est pourquoi il n'apparait pas de convergence sur la figure 3.6(d).

3.2.3 Distribution du taux de fibres

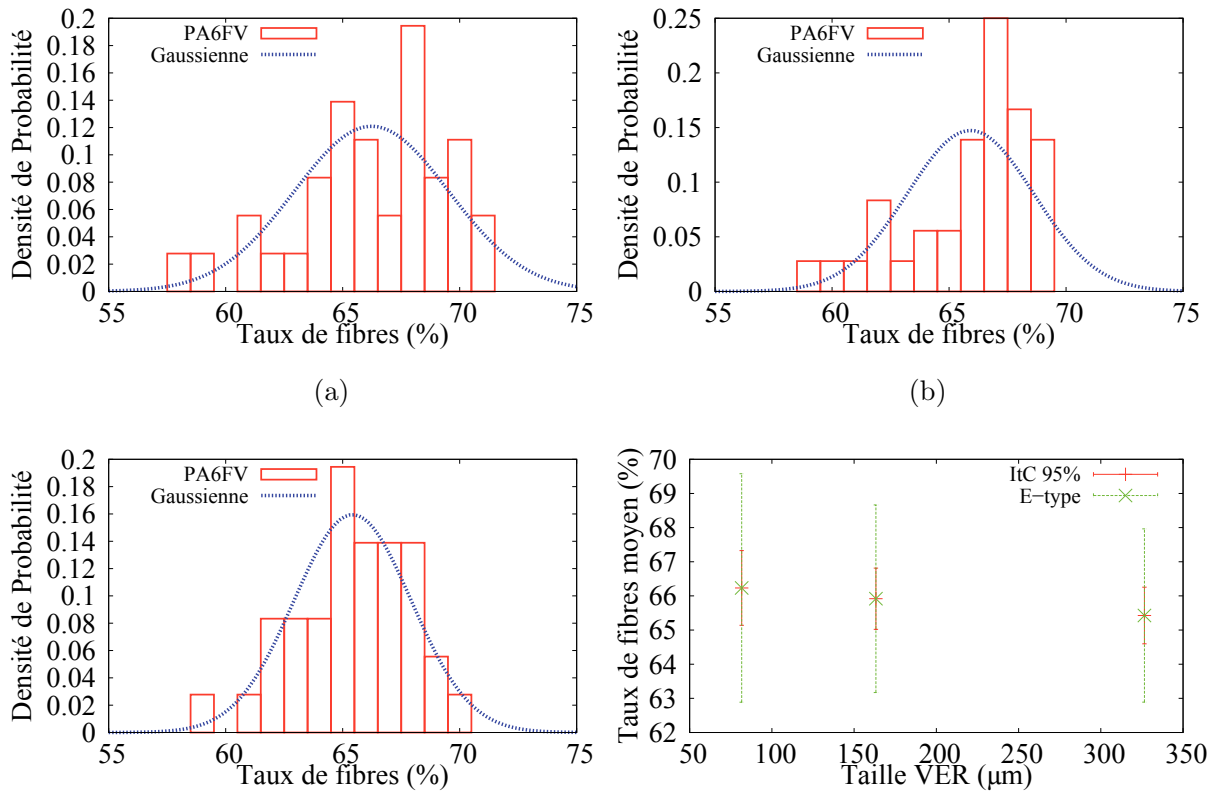


FIG. 3.8: (a), (b) et (c) Densité de probabilité associée aux valeurs des taux de fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 328 μm^2 respectivement. (d) Moyennes, écart-types et intervalles de confiance à 95% du taux de fibre en fonction de la taille du VER.

L'analyse d'image a permis l'étude du taux de fibres pour chacun des VER étudiés. En effet, le taux de fibres surfacique a été mesuré pour chacun des 36 échantillons de chacunes des tailles de VER. Le taux de fibre surfacique est directement ramené au taux de fibres en considérant que les fibres sont parfaitement alignées. Le taux de fibres (surfacique) τ_f est défini par :

$$\tau_f = \frac{Nb_f^{pix}}{Nb_{tot}^{pix}} \tag{3.2}$$

où Nb_f^{pix} est le nombre de pixels appartenant aux fibres et Nb_{tot}^{pix} le nombre total de pixels de l'image. Les figure 3.8(a), (b) et (c) montrent la densité de probabilité des taux de fibres pour chacune des trois tailles de VER : 82, 163 et 326 μm respectivement. Ici encore on approche chacune des distributions par une loi normale dont les moyennes et écart-types sont indiqués dans le tableau 3.1. On constate que plus la taille du VER augmente et plus l'histogramme est resserré autour de sa valeur moyenne. En effet calculer le taux de fibres sur des petites surfaces va augmenter la dispersion des résultats.

La figure 3.8(d) représente les moyennes, écart-types et intervalles de confiance calculés pour chacune des tailles de VER. Le tableau 3.1 résume ces différentes valeurs mesurées. On constate

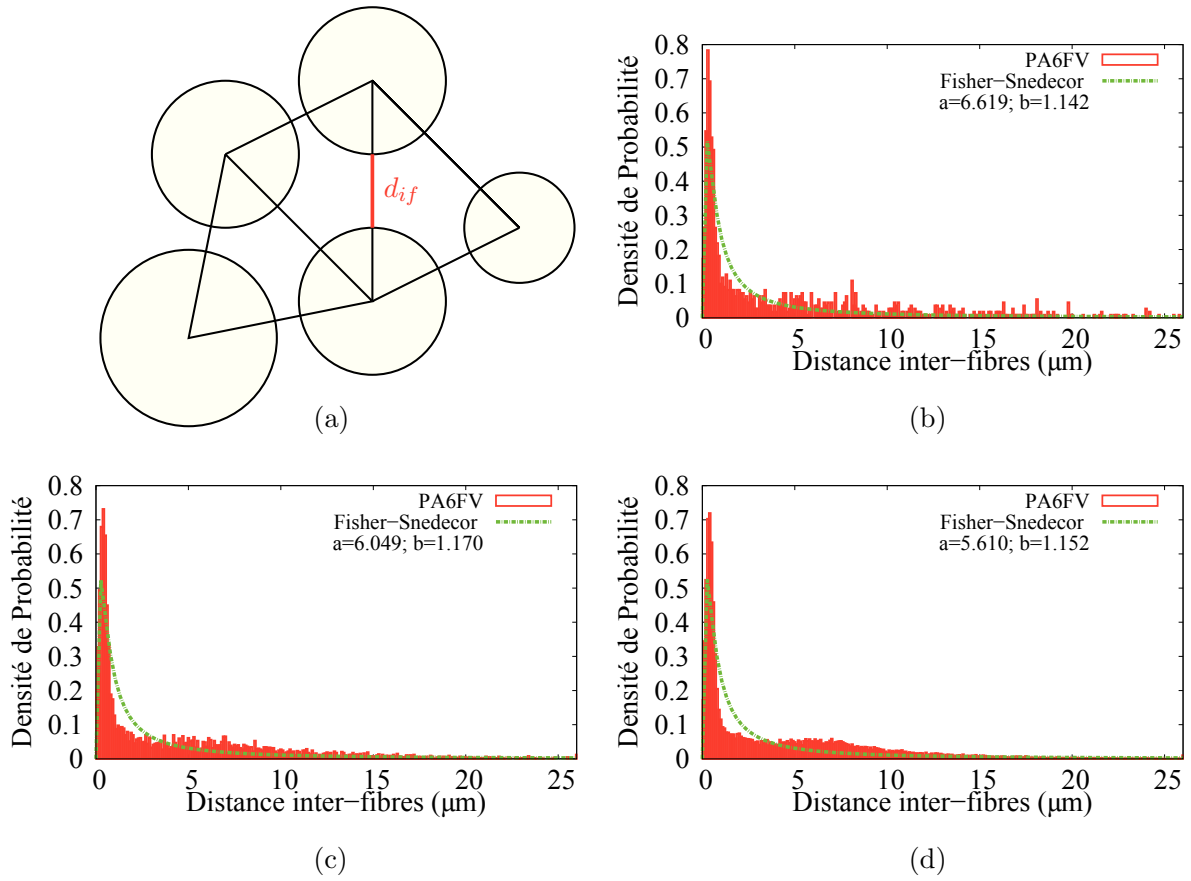


FIG. 3.9: (a) Triangulation de Delaunay entre les centres des fibres et distance inter-fibres d_{if}. (b), (c) et (d) Densité de probabilité associée aux valeurs des distances inter-fibres pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement.

que le taux de fibres moyen mesuré est élevé (65.4 %) ainsi, la matrice ne représente que 34.6 % du volume du matériau composite. La matrice ne possède pas tout l'espace dont elle a besoin pour se déformer, la matrice est confinée à l'intérieur du squelette de fibre plus rigide.

Comme indiqué précédemment, on remarque qu'écart-types et intervalles de confiance se resserrent avec l'augmentation de taille du VER. Les résultats convergent donc vers la plus grande taille de VER.

3.2.4 Une mesure du confinement

Le confinement va se référer ici à un enfermement, à une "entité" maintenue dans un espace restreint. Il va caractériser la restriction d'espace disponible pour la matrice dans le matériau composite. En effet les fibres présentes en nombre vont contraindre la matrice à se déformer essentiellement de manière uniaxiale : les déformations perpendiculaires à cet axe privilégié étant pratiquement nulles.

La figure 3.10 présente une portion de matrice confinée par deux fibres. La matrice confinée est ici représentée par une couche mince plus large dans la direction des fibres que haute. En effet, les fibres sont continues on a alors : $L \to \infty$.

Une première approche réalisée afin de quantifier le confinement de la matrice a consisté a calculer les taux de fibres locaux. Néanmoins, calculer le taux de fibres sur de petites surfaces augmente la dispersion statistique. Cette méthode n'a donc pas été retenue. La seconde approche envisagée passe par les mesures des distances inter-fibres. Une triangulation de Delaunay a été mise en place

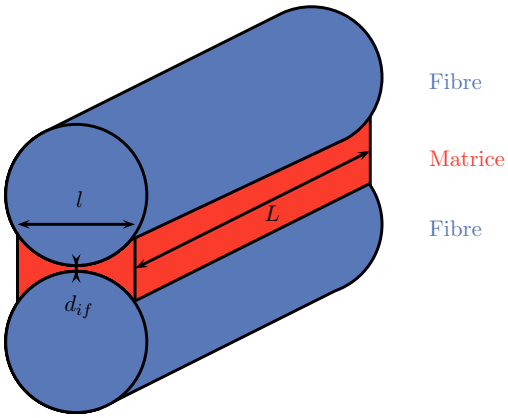


FIG. 3.10: Matrice confinée par deux fibres.

entre les centres de chacune des fibres. En retranchant la valeur du rayon de chacune des fibres dont les centres forment un côté d'un triangle, on obtient la valeur de la distance inter-fibre d_{if} (fig. 3.9(a)).

Les figures 3.9(b), (c) et (d) représentent la densité de probabilité des distances inter-fibres pour chacune des trois tailles de VER : 82, 163 et 326 μm respectivement. Ces densités de probabilité possèdent un très fort pic pour des faibles distances inter-fibres. La fréquence cumulée pour une distance inter-fibres variant entre $d_{if} = 0$ et $d_{if} = 0.45$ μm atteint 35 % (35 % des mesures de distances inter-fibres sont en dessous de 0.45 μm). La fréquence cumulée sur l'ensemble du pic (jusqu'à $d_{if} = 1.15$ μm) représente 47 % des distances mesurées. Ces résultats montrent que les distances inter-fibres sont très faibles, ce qui se traduit par un confinement de la matrice important dans la mesure où la longueur des fibres est supposée infinie.

Afin de décrire ces distributions, la loi normale ne suffit plus. On introduit ici une autre loi de probabilité continue asymétrique : la loi de Fisher (aussi appelée loi de Fisher-Snedecor, loi de probabilité F) [Patnaik, 1949]. L'avantage de cette loi de probabilité réside dans sa fléxibilité puisqu'elle repose sur deux paramètres ajustables. Très utilisée en statistiques elle est aussi utilisée en analyse d'image [Galland et al., 2009]. La loi de Fisher est définie par :

$$g(x) = \frac{\Gamma\left(\frac{a+b}{2}\right)}{\Gamma\left(\frac{a}{2}\right)\Gamma\left(\frac{b}{2}\right)} b^{\frac{b}{2}} a^{\frac{a}{2}} \frac{x^{\left(\frac{a}{2}-1\right)}}{(ax+b)^{\frac{a+b}{2}}} \tag{3.3}$$

où Γ est la fonction Gamma définie par : $\Gamma(x+1) = x!$, a et b sont les deux paramètres introduits précédemment. Cette fonction permet une bonne description des densités de probabilité comme le montre la figure 3.9. Les paramètres utilisés pour chacune des distributions sont indiqués dans la légende des histogrammes. On remarque ici que les distributions sont très semblables, et ce, quelle que soit la taille du VER considérée. Ainsi, la plus petite taille est ici suffisante pour représenter la distance inter-fibres.

Afin de définir complètement le confinement, il faut introduire le taux d'élancement *elc*. Ce taux d'élancement est fonction de la distance inter-fibres d_{if} et du rayon des fibres r_f :

$$elc = \frac{d_{if}/2}{r_f} \tag{3.4}$$

La figure 3.11(a) illustre différents cas de confinement de la matrice par deux fibres cylindriques et permet par comparaison de comprendre un peu mieux cette notion. Comparons dans un premier temps les cas 1 et 2, tout deux constitués de fibres de rayon $r_f = r_1$. On constate que la distance

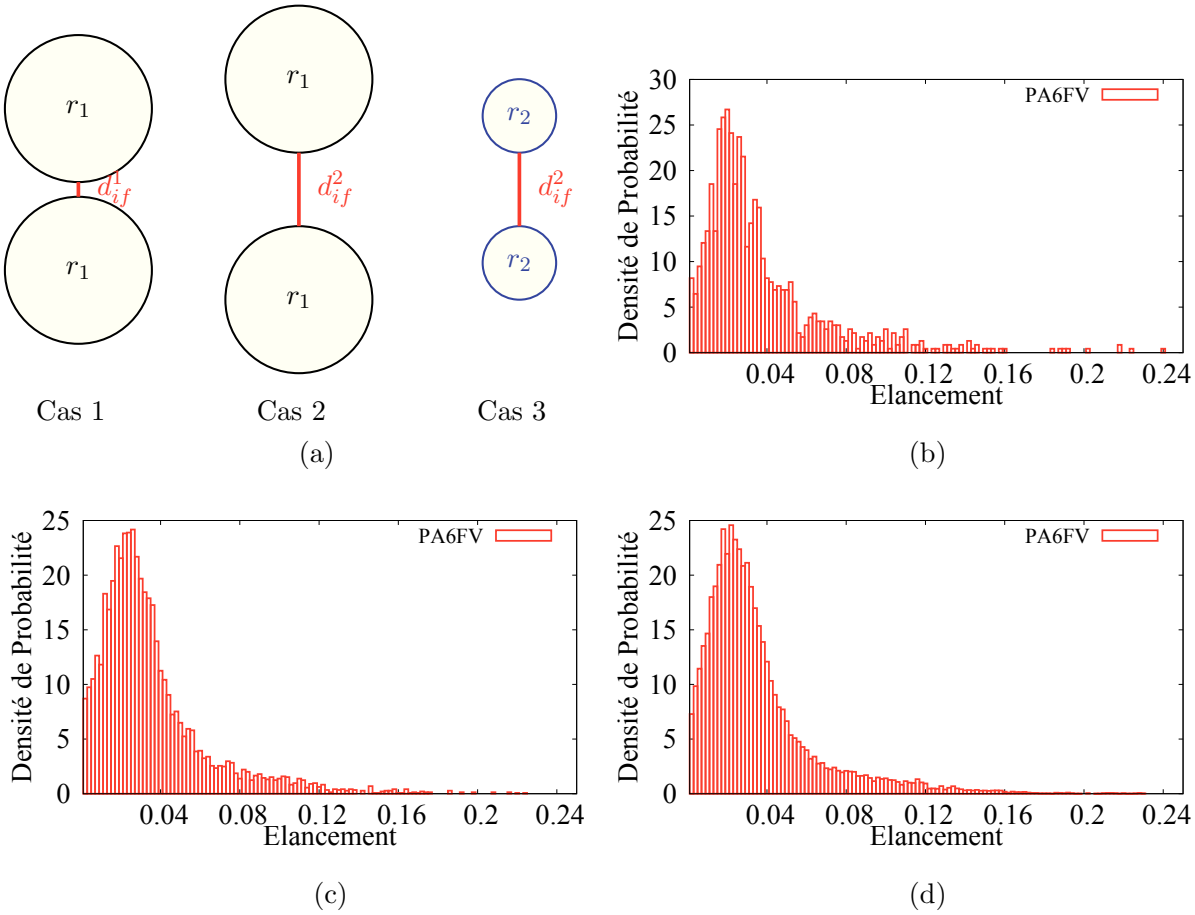


FIG. 3.11: (a) Distance inter-fibres d_{if} et rapport d'élancement *elc.* (b), (c) et (d) Densité de probabilité associée aux valeurs d'élancement pour 82 μm^2, 163 μm^2 et 326 μm^2 respectivement.

inter-fibres d_{if}^1 et inférieur à d_{if}^2. On calcule alors le taux d'élancement des deux cas : elc_1 et elc_2. On trouve $elc_1 < elc_2$. Ainsi, le confinement du cas 1 et plus important que le confinement du cas 2. Raisonnons de même pour les cas 2 et 3 dont la distance inter-fibres d_{if} est identique. On constate alors que $elc_2 < elc_3$ puisque $r_2 < r_1$, ainsi, le confinement du cas 2 est plus important que celui du cas 3. En résumé, plus le taux d'élancement est faible plus le confinement est important.

Cette approche qui passe par le calcul du taux d'élancement est très similaire à l'étude du facteur d'amplification de Christensen [Christensen, 1979] utilisé par exemple pour déterminer une distance seuil permettant la percolation électrique dans un élastomère chargé de noir de carbone [Jean, 2009], particules supposées sphériques. Dans le matériau composite, le confinement est plus important du faît que les fibres soient continues (cf. fig. 3.10).

Ainsi on peut calculer pour chaque distance inter-fibres un rapport d'élancement associé à chacune des fibres voisines. Les figures 3.11(b), (c) et (d) représentent la densité de probabilité des taux d'élancement pour chacune des trois tailles de VER : 82, 163 et 326 μm. Ici encore, les distributions sont très semblables et ce, quelle que soit la taille du VER considérée. On nottera que environ 77 % des valeurs d'élancement mesurées sont inférieures ou égales à 0.04. Les valeurs des taux d'élancement sont faibles ce qui caractérise un confinement important de la matrice.

La particularité de cette configuration réside dans le fait qu'en cas de traction (écartement des fibres) ou de compression (rapprochement des fibres) la matrice confinée est bloquée en déformation transverse, induisant ainsi des contraintes importantes selon ces directions transversales. Cette triaxialité des contraintes induite par la microstructure elle-même génère une pression hydrostatique importante –positive en cas de tracion ; négative en compression– dans la matrice. Or une pression hydrostatique positive est le paramètre moteur de la croissance de cavité entraînant l'initiation de la ruine de la structure par endommagement de celle-ci.

Toutes ces analyses permettent une bonne connaissance de la microstructure du matériau. Nous proposons ici des mesures expérimentales visant à établir un VER morphologique du matériau composite PA6FV. L'étude s'est portée sur trois surfaces de tailles différentes. Les distributions des diamètres des fibres, des taux de fibres, de la distance inter-fibres et des taux d'élancement ont été étudiées. Il a été montré que les trois tailles considérées : des surfaces de 326, 163 et 82 μm de côté donnent des résultats similaires dans les distributions de tailles des diamètres de fibres, de la distance inter-fibres et du taux d'élancement. Il est alors a priori possible de choisir le plus petit des VER étudié. Néanmoins, les distributions des taux de fibres montrent une convergence vers la plus grande taille étudiée. Comme nous le verrons par la suite, cette étude morphologique se heurte aux réalités numériques. Plus la taille du VER est importante et plus les temps de calcul augmentent. Les distributions ici établies vont servir d'étalon pour vérifier que la variabilité microstructurale des VER sélectionnés est suffisamment représentative de la microstructure du composite PA6FV.

Nous allons maintenant étudier les différents défauts (porosités) présents dans la microstructure.

3.2.5 Porosités

Les microstructures étudiées ont présenté différents défauts :

- Des larges bandes de matrices dénuées de fibres. Ces défauts observables sur la figure 3.3(a) sont probablement le résultat du procédés de compaction des mèches de fibres durant la mise en forme du composite.
- Des désorientations de fibres ont été observées sur des coupes transverses (fig. 3.4(c)) les désorientations se traduisent par des fibres de forme ellipsoïdale. Sur des coupes longitudinales (fig.

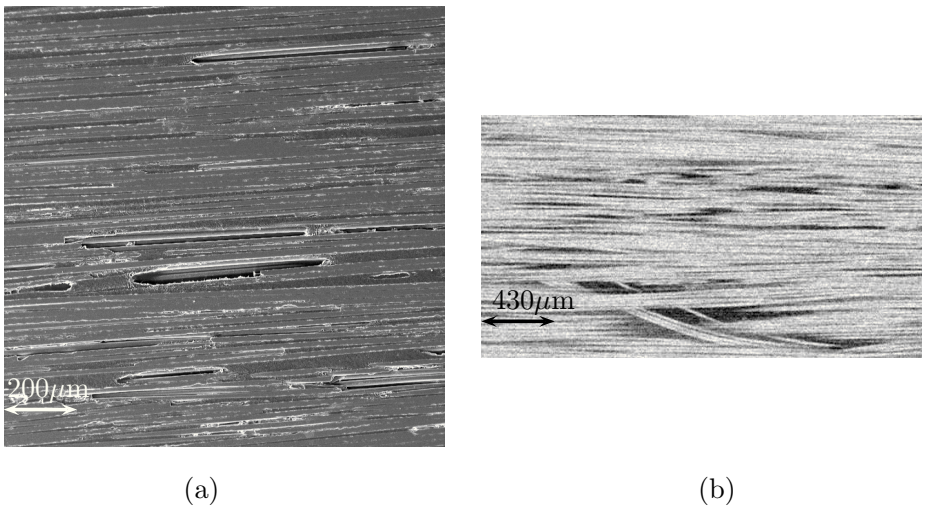


FIG. 3.12: (a) Image MEB d'une coupe longitudinale (sens des fibres) de PA6FV montrant la présence de macro-porosités. (b) Image reconstruite de tomographie, coupe longitudinale de PA6FV montrant des fibres désorientées et des macro-porosités

3.12(b)) les désorientations sont plus facilement observables. Souvent ces désorientations favorisent le développement de porosités.

- Différents types de porosités. Deux types de porosités sont observables (figs. 3.3(b) et (c)). La macro-porosité et la micro-porosité. Nous allons nous focaliser sur ces différents défauts.

Macro-porosités

La figure 3.3(b) illustre une image MEB d'une coupe transverse de PA6FV qui montre la présence de porosités (tâches noires). Les figures 3.12(a) et (b) représentent des coupes longitudinales (sens des fibres). L'image 3.12(a) est issue d'un cliché MEB tandis que la coupe 3.12(b) provient d'une reconstruction de tomographie-X. Les deux clichés montrent des porosités de forme allongée (aiguilles). Le cliché de tomographie montre une forte désorientation de fibres qui facilite la formation de porosités plus conséquentes. L'hypothèse proposée pour ces porosités est la suivante : elles semblent être induites par un manque de matrice lors de l'imprégnation des fibres. Les fibres désorientées gênent la diffusion de la matrice ce qui en favorise le développement.

Afin de quantifier ces macro-pores, il faut choisir l'une ou l'autre des deux techniques d'observation. Ici le choix s'est porté sur la tomographie pour plusieurs raisons. Tout d'abord la résolution des clichés est suffisante pour pouvoir bien observer les macro-pores (ce n'était pas le cas pour pouvoir bien détailler chacune des fibres). Cette technique permet en plus, d'avoir accès à l'information tridimensionnelle directement tandis que la visualisation de différentes coupes est nécessaire par MEB. Néanmoins, ces deux techniques MEB / tomographie doivent donner les mêmes résultats comme le montre Serror et al. [Serror et al., 2013] lorsqu'ils observent l'endommagement induit par un vieillissement thermique sur un jonc de carbone / époxy pultrudé par tomographie et microscopie optique.

Nous allons donc étudier la quantification 3D de cette population de macro-porosités.

Ici la principale difficulté réside dans le seuillage des porosités. En effet, les images reconstruites par tomographie-X possèdent un faible contraste de niveau de gris entre les bords des porosités et la matrice les rendant impossibles à dissocier. Il est donc relativement difficile de réaliser un simple

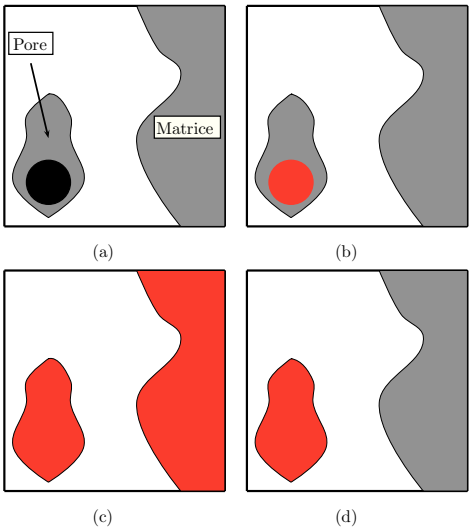


FIG. 3.13: Schéma de principe du "double seuillage". (a) Image en niveau de gris. (b) Seuillage "bas". (c) Seuillage "haut". (d) Seuillage souhaité.

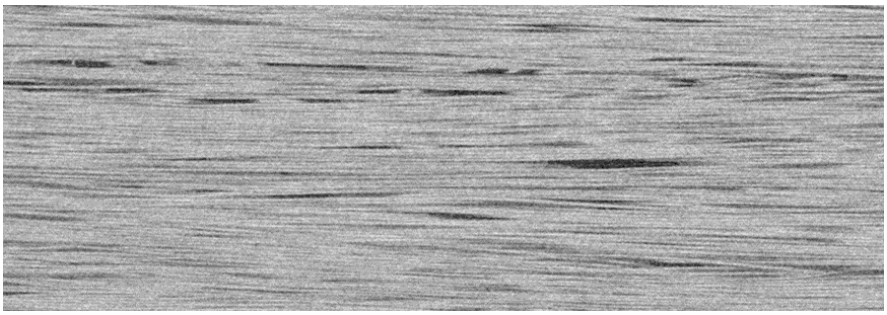
seuillage. L'astuce mise en place est représentée sur le schéma 3.13, c'est le "double seuillage". L'image en niveau de gris, schématisée par la figure 3.13(a) représente une porosité qui possède un gradient de niveau de gris du centre vers son bord. Le niveau de gris du bord est malheureusement identique à celui d'une zone de matrice. On réalise alors un premier seuillage $S - A$ sur les zones les plus sombres des porosités comme le montre la figure 3.13(b). Un second seuillage $S - B$ est ensuite réalisé sur le niveau de gris du bord de la porosité, c'est aussi le seuillage de la matrice comme le schématise la figure 3.13(c). Il suffit alors de ne garder que les particules seuillées par $S - B$ qui ont été seuillées par $S - A$. Le résultat obtenue est présenté sur la figure 3.13(d).

Il faut donc trouver un compromis sur les niveaux de gris pour seuiller efficacement ces porosités. Un exemple de seuillage proposé est présenté sur la figure 3.14. L'image reconstruite par tomographie est présentée en 3.14(a). Le seuillage des porosités proposé est montré sur la figure 3.14(b). Cette figure montre que l'on décrit bien les porosités en forme d'aiguille qu'il faut quantifier.

Une bande de matériau composite de largeur 1550 μm a été virtuellement prélevé diamétralement sur un volume reconstruit d'un jonc par tomographie-X comme le montre la figure 3.15(a). Cette bande a ensuite été subdivisée en 11 sous-volumes de même taille $(695 \times 1550 \times 4480)$ μm^3 représentés sur la figure 3.15(b). Ces sous-volumes sont seuillés pour ainsi analyser la porosité dans chacun d'eux.

Un exemple de sous-volume 3D avec sa porosité mesurée est présenté en figure 3.16. Cette représentation tridimensionnelle montre bien que la macro-porosité est très allongée dans la direction des fibres. Les délimitations du sous-volume sont présentées par le pavé bleue. La figure 3.17(a) représente la porosité calculée en fonction des coordonnées radiales normalisées du centre des sous-volumes. La porosité est alors calculée à partir du sous-volume centrale vers les bords extérieurs. Il y a donc deux mesures de porosité par coordonnée radiale (sauf pour le centre). On constate que la porosité est maximale au centre du jonc (2.2 % en volume) et décroît vers les bords (moins de 0.4 % en volume). Ce gradient de porosité renforce notre hypothèse sur la genèse de ces porosités. La diffusion de la matrice au cœur du jonc est plus difficile que sur les bords, ce qui explique une plus forte porosité (défauts d'imprégnation, zones sèches) au centre du matériau.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la taille de ces macro-pores. Pour ce faire chacun des pores a



(a)

(b)

FIG. 3.14: (a) Image reconstruite de tomographie en niveau de gris, coupe longitudinale. (b) Image correspondante seuillée.

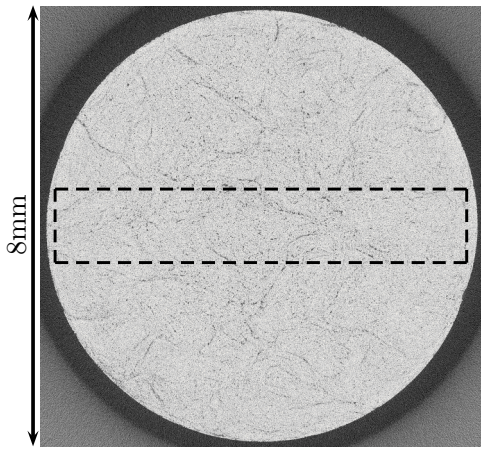
été inscrit dans un parallélépipède rectangle. En analysant les tailles des arêtes de ces parallélépipèdes on peut estimer la taille des porosités. Ici, pour les différentes directions, on se réfèrera au repère de la figure 3.16.

La figures 3.17(b) présente la fréquence des tailles des pores suivant la direction x pour un sous-volume situé au bord du jonc et pour le sous-volume placé au centre du jonc. On constate que les macro-pores situés au bord sont moins élancés dans la direction des fibres que ceux situés au centre du jonc. En effet, on remarque que peu de macro-pores situés au bord du jonc dépassent 0.5 mm de longueur. A l'inverse, les macro-pores mesurés au centre du jonc atteignent jusqu'à plus de 2 mm de long dans la direction des fibres. La distribution radiale des tailles des macro-pores dans la direction des fibres doit suivre la distribution radiale du taux de porosité.

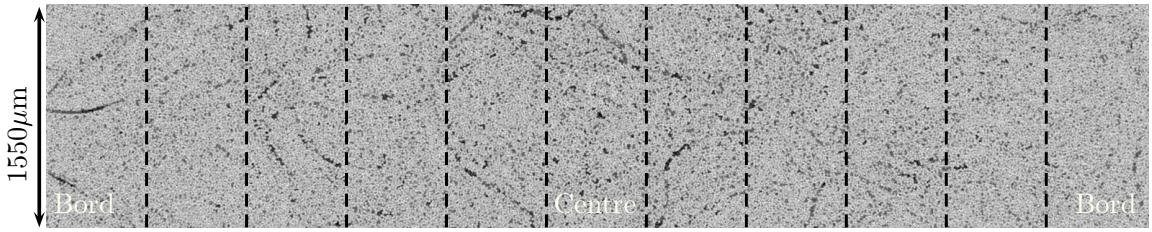
Les figures 3.17(c) et (d) montrent la fréquence des tailles des pores suivant la direction y et z respectivement. On constate que les pores sont de taille plus réduites dans ces différentes directions. En effet, les pores n'excèdent pas 150 μm de longueur suivant les directions y ou z. Ici encore, on présente les résultats d'un sous-volume situé au bord et d'un autre placé au centre du jonc. On constate qu'il y a peu de différence dans les tailles transverses (suivant y ou z) des porosités situées au centre ou sur les bords du jonc composite. Ainsi, la distribution radiale des tailles des pores dans les directions y et z semble constante. Ces tailles sont de plus identiques suivant y ou z. Ceci traduit bien le fait que les pores soient de forme "pseudo-circulaire" dans la direction transverse aux fibres, ce qui est de plus observable sur la coupe transverse réalisée au MEB (fig.3.3(b)).

Ainsi, il a été possible de déterminer les caractéristiques morphologiques des macro-pores présentes dans la microstructure du jonc composite.

Cette méthode d'analyse est très efficace, néanmoins elle introduit différents biais. En effet, aucun traitement n'est réalisé sur les bords des sous-volumes. Certaines porosités sont alors "coupées" et



(a)



(b)

FIG. 3.15: (a) Image reconstruite de tomographie. Coupe transverse d'un jonc de PA6FV montrant la bande prélevée pour l'analyse du taux de macro-porosité. (b) Bande prélevée subdivisée. Chaque sous-volume de taille $695 \times 1550 \times 4480$ μm^3 est seuillé afin d'obtenir la répartition de porosité dans le jonc.

distribuées entre les sous-volumes adjacents. C'est ce qui introduit un léger biais dans les tailles des pores mesurées.

Micro-porosités

Une seconde population de porosités a été identifiée. En effet la figure 3.18(a) est un cliché MEB d'une coupe transverse qui présente des porosités de petite taille (quelques μm de diamètre). Ces porosités présentes partout dans la matrice ont une forme globalement sphérique. La figure 3.18(b) montre une de ces micro-porosités à fort grandissement. De très petites porosités sont également observables. Ces porosités sont probablement issues des réactions chimiques dues à la polymérisation in-situ. Le taux de ces porosités est évalué entre 0.1 et 0.2 %.

3.3 Conclusions

Quelques propriétés physico-chimiques du polymère massif PA6 servant de matrice dans le matériau composite ont été expérimentalement déterminées. La cristallinité moyenne $\chi_c = 38.6$ % du PA6 a ainsi été mesurée par DSC. Ce paramètre nous intéresse tout particulièrement puisque, nous le verrons par la suite, il intervient dans la loi de comportement du polymère semi-cristallin établie dans le chapitre suivant.

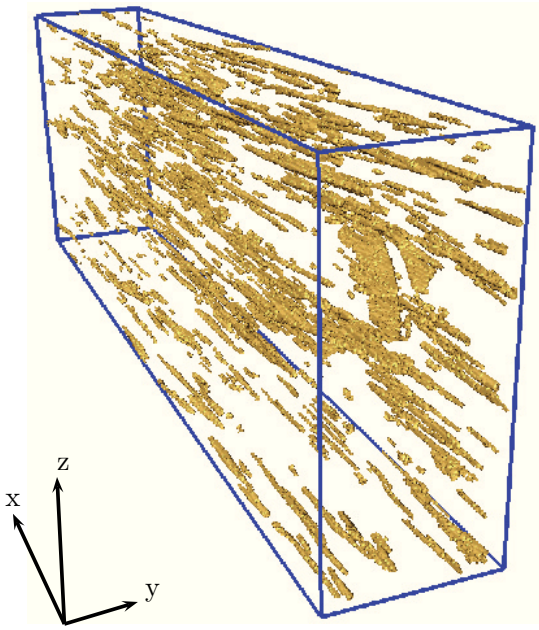


FIG. 3.16: Sous-volume ($695 \times 1550 \times 4480$ μm^3) seuillé montrant la macro-porosité.

Différentes analyses statistiques ont été réalisées afin d'avoir une bonne connaissance de la microstructure du matériau composite. Les distributions des diamètres de fibres, de l'élancement et des macro-pores ont été estimées.

Certaines de ces analyses sont réalisées à l'aide d'études de clichés MEB de coupe transverse du matériau composite. Nous avons montré que l'analyse de 4000 à 6000 fibres est suffisante pour avoir une bonne estimation de la valeur moyenne du diamètre des fibres : 16.5 ± 1.7 μm. Le taux de fibres a également été déterminer par analyse d'images. Celui-ci est ainsi estimé à 65.4 ± 2.5 % en volume. On remarque alors que ce taux de fibres est important. Ainsi la matrice est confinée par le squelette fibreux. Le confinement est une notion majeure des travaux de cette thèse. En effet, la matrice bloquée en déformation, confinée par les fibres et soumise à des sollicitations mécaniques va développer des contraintes multiaxiales, d'où l'apparition d'une pression hydrostatique induite. Cette pression hydrostatique est susceptible de faire caviter la matrice. Afin de quantifier ce confinement, une mesure de l'élancement est proposée. On retiendra que 77 % de la microstructure analysée possède de la matrice dont l'élancement est inférieur à 0.04, ce qui est une valeur très faible et traduit ainsi un fort confinement.

Des données de tomographie ont permis de quantifier la distribution de macro-pores au sein du jonc composite. Le taux des macro-pores est maximal au centre du jonc (2.2 %) et minimal sur la peau extérieure (0.4 %). Enfin, le taux de micro-pores est évalué entre 0.1 et 0.2 %.

En conclusion, le matériau possède une variabilité microstructurale importante qu'il faut prendre en compte lors de l'étude des phénomènes de déformation et d'endommagement. En effet, les "défauts" liées à la microstructures sont, nous le verrons par la suite, des amplificateurs de contraintes.

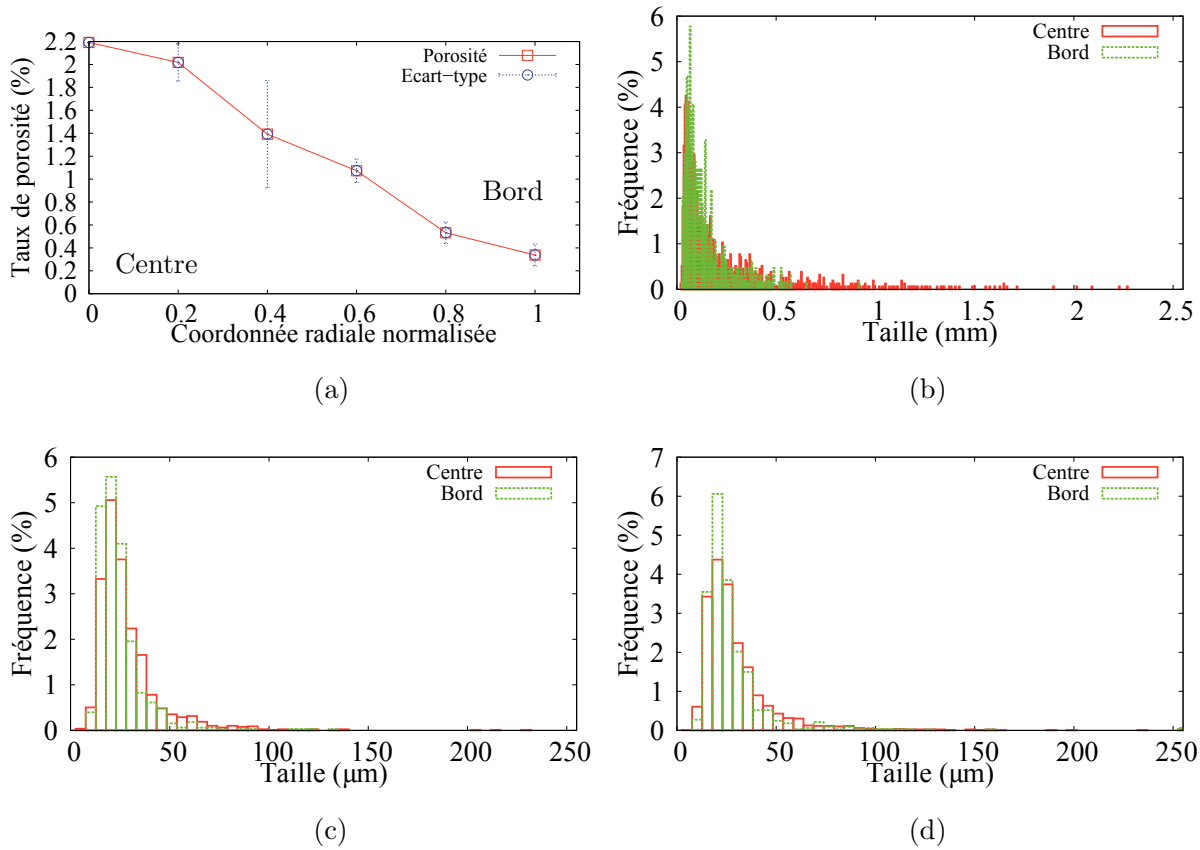
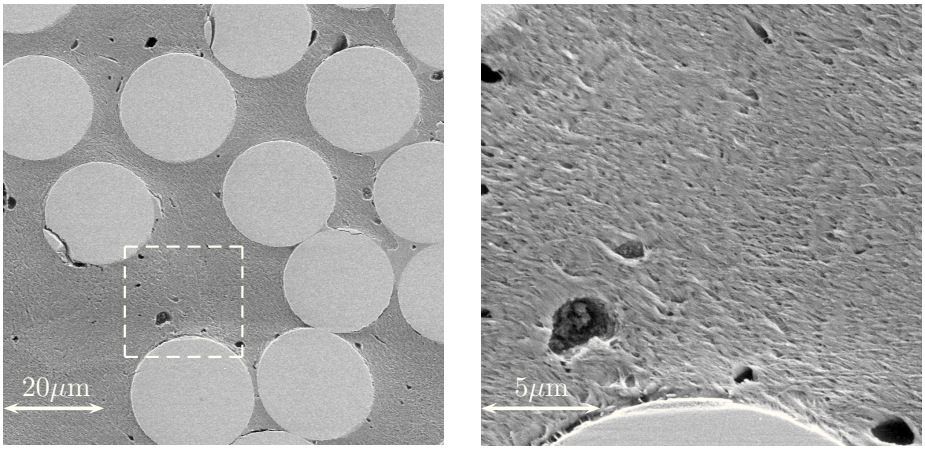


FIG. 3.17: (a) Taux de porosité mesuré par sous-volumes en fonction des coordonnées radiales (du centre du jonc vers les bords) (b) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction x pour le sous-volume du centre et d'un des bords. (c) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction y pour le sous-volume du centre et d'un des bords. (d) Histogramme des fréquences des tailles des macro-porosités dans la direction z pour le sous-volume du centre et d'un des bords.



(a) (b)

Fig. 3.18: (a) et (b) Images MEB de coupe transverse de PA6FV. Différents grandissements mettant en valeur la micro-porosité.

Chapitre 4

Expérimentation dédiée à l'endommagement et la rupture du composite PA6FV

Ce chapitre est dédié à l'étude des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture du composite PA6FV. L'étude de ces phénomènes est réalisée par le biais d'une analyse fine de l'essai de compression diamétrale. Dans un premier temps, nous verrons que l'essai de compression diamétrale induit un chargement biaxial au jonc composite. Les mécanismes de déformation et d'endommagement observables à l'échelle macroscopique seront ici présentés. Ensuite, nous descendrons d'un échelon pour étudier les mécanismes d'endommagement qui prennent place lors des essais de compression diamétrale à l'échelle de la microstructure. En effet, des observations tomographiques ont été mis en place et révèlent la formation de réseaux complexes de fissures. Enfin, à l'aide d'éprouvettes CT, nous étudierons les mécanismes de propagation de fissure.

Sommaire

4.1 Essais Brésiliens : des essais multiaxiaux 56
4.1.1 Présentation et dimensionnement de l'essai 56
4.1.2 Résultats expérimentaux 64
4.2 Essais sur éprouvette de type CT *in-situ* en laminographie 77
4.2.1 Observations à l'échelle macroscopique 77
4.2.2 Observations à l'échelle de la microstructure 79
4.2.3 Eléments sur la propagation de fissure 82
4.3 Conclusions 85

La fissuration transverse (ou micro-fissures matricielles) est un des modes de rupture très important dans les structures composites à matrice polymère. Ces micro-fissures sont bien souvent des fissures traversant un pli complet du composite stratifié. C'est pourquoi on peut également les trouver sous le nom de fissures intralaminaires. Ces micro-fissures matricielles peuvent survenir sous tous types de chargement, et dans n'importe quel pli du composite. Néanmoins elles apparaissent préférentiellement dans des plis dont le renfort est orienté en dehors des axes de sollicitations [Nairn, 2000]. Ces micro-fissures affectent directement le comportement du composite : abaissement des modules élastiques, zones d'amorçages préférentielles pour des phénomènes de délaminage et de rupture de fibres [Nairn, 2000]. De plus, ces fissures transverses peuvent permettre l'écoulement de fluide dans le cas des réservoirs et canalisations en composite.

La fissuration transverse est souvent le premier mode de rupture qui a lieu et ce, pour des états de chargement assez faible comme le montre Nairn et al. [Nairn and Hu, 1994]. Garrett et al. [Garrett and Bailey, 1977b] [Garrett and Bailey, 1977a] furent un des premiers groupes de chercheurs à observer ce phénomène apparaissant sur le pli orienté à 90° par rapport aux sollicitations de traction appliquées sur structures laminées d'une matrice polyester renforcée de fibres de verre $[0/90]_s$. Ils parviennent à montrer que la déformation nécessaire à l'apparition des micro-fissures augmente lorsque l'épaisseur du pli à 90° diminue. De très nombreuses études sont disponibles dans la littérature qui traitent de la fissuration transverse de différents matériaux composites. On pourra citer des références reprenant les différentes études : [Hull, 1981], [Taljera, 1994] et [Nairn, 2000].

Les matériaux de notre étude ne permettent pas ce type d'approche sur éprouvettes en composite stratifié. En effet, le composite de l'étude est un matériau unidirectionnel fourni sous forme de jonc. Ainsi, une autre approche est envisagée, elle passe par des essais de compression diamétrale. Cet essai de compression particulier permet l'amorçage et la propagation de fissures transverses dans un jonc composite. De plus si l'on considère la canalisation bi-couche composite, on peut considérer que le liner, qui n'apporte que l'étanchéité à la structure, transmet une grande partie de la pression interne au matériau composite qui renforce la structure. Ainsi si la canalisation est enterrée, le matériau est soumis à des sollicitations de compression. Cette partie est donc consacrée à l'étude des fissurations transverses sur jonc composite. Plus particulièrement nous nous intéresserons ici aux mécanismes de déformation et d'endommagement qui conduisent à la formation de fissures transverses.

4.1 Essais Brésiliens : des essais multiaxiaux

4.1.1 Présentation et dimensionnement de l'essai

Les essais de compression diamétrale ont été présentés pour la première fois dans les années 50. En effet, Carniero et al. [Carniero and Barcellos, 1953] originaire du Brésil et Akazawa [Akazawa, 1953] originaire du Japon présentent quasi-simultanément lors d'une conférence de l'*International Association of Testing and Research Laboratories for Materials and Structures* une étude visant à mesurer indirectement les propriétés en traction du béton par compression diamétrale. Il se raconte que l'essai fut baptisé "Brésilien" car un plus grand nombre de chercheurs assistèrent à la présentation de Carniero et al. qu'à celle d'Akazawa.

L'essai Brésilien consiste à comprimer un cylindre de matériau entre deux plateaux. La figure 4.1(a) présente le principe de fonctionnement de l'essai. Ainsi soumis au chargement, de fortes contraintes de traction s'appliquent de part et d'autre de l'axe médian (pointillé). C'est l'ensemble de ces contraintes orientées suivant l'axe x (σ_x) qui conduisent à la rupture de l'éprouvette. C'est pourquoi cet essai est également nommé : essai de traction indirect. La fissure suit donc l'axe médian et sépare le cylindre en deux dans le sens de la longueur.

On souhaite pouvoir réaliser des essais mécaniques de compression transverse modélisables par un calcul 2D en déformation plane. En effet, ces calculs demandent peu de ressources informatiques les

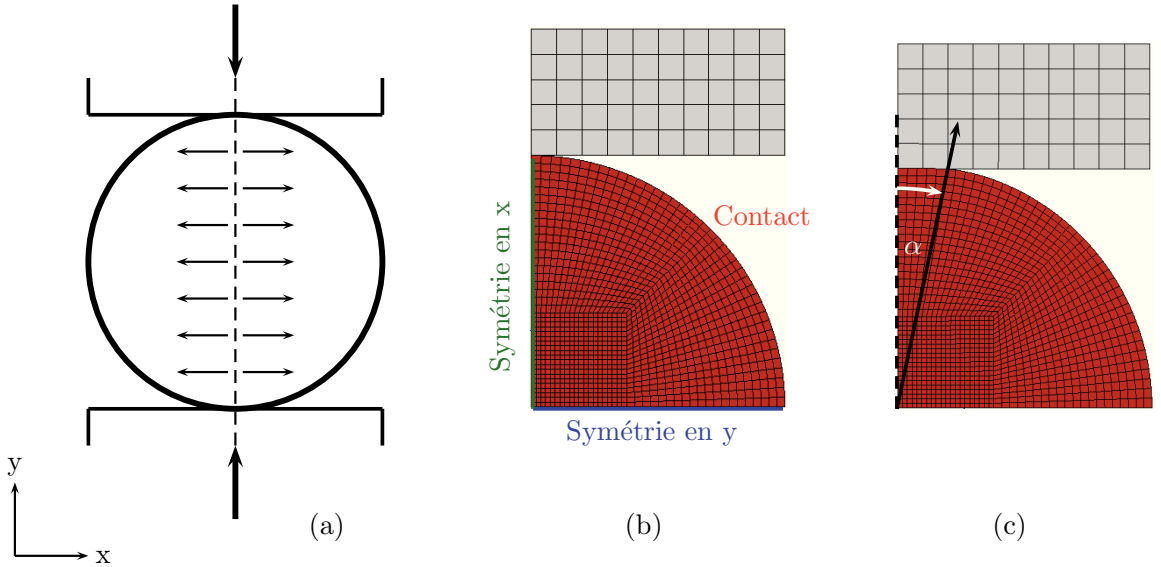


FIG. 4.1: (a) Schéma simplifié de l'essai brésilien. (b) Modèle éléments finis 2D déformation plane. (c) Déformée numérique. La zone en contact est $r_0\alpha$ avec ici $\alpha = 12°$.

rendant ainsi très attractifs. Néanmoins, il va falloir assurer la validation de différents éléments. Dans un premier temps, nous allons comparer le comportement élastique simulé d'un essai de compression transverse 2D en déformation plane par rapport à des solutions analytiques disponibles dans la littérature. Ceci va nous permettre de valider le fait que le problème éléments finis est bien posé. Enfin des simulations 3D de compression sur différentes longueurs de jonc vont être comparées à la solution 2D déformation plane. Ceci permet de correctement dimensionner la longueur des joncs nécessaire pour pouvoir faire l'hypothèse que les essais expérimentaux peuvent être approchés par un calcul de déformation plane. Ainsi, il est possible de représenter correctement les champs de contrainte et de déformation qui ont lieu au milieu du jonc.

Analyse analytique du comportement transverse

On considère un barreau cylindrique de rayon r_0 et de longueur L qui subit un essai de compression diamétrale. On suppose le cylindre soumis à des efforts de compression P_c. Il faut aussi supposer que le matériau est élastique isotrope dans la section du cylindre et que le comportement en traction / compression est identique. Une première approche analytique nous vient de Timoshenko et al. [Timoshenko and Goodier, 1951] et considère un disque soumis à des efforts ponctuels. Ce principe a été repris par Frocht [Frocht, 1941] qui définit alors l'état de contrainte en tout point de coordonnées (x,y) par :

$$\begin{cases} \sigma_x = \frac{2P_c}{2r_0L\pi} - \frac{2P_c}{L\pi}\left\{\frac{x^2(r_0-y)}{[x^2+(r_0-y)^2]^2} + \frac{x^2(r_0+y)}{[x^2+(r_0+y)^2]^2}\right\} \\ \sigma_y = -\frac{2P_c}{2r_0L\pi} - \frac{2P_c}{L\pi}\left\{\frac{(r_0-y)^3}{[x^2+(r_0-y)^2]^2} + \frac{(r_0+y)^3}{[x^2+(r_0+y)^2]^2}\right\} \end{cases} \tag{4.1}$$

Cette solution a été utilisée par Fahad [Fahad, 1996] qui cherche à valider des résultats de calculs éléments finis sur des géométries cylindriques à bords plats.

Néanmoins, les efforts de compression ne sont en réalité pas ponctuels. Ces efforts déforment la surface du cylindre sur deux angles α opposés comme le montre la figure 4.1(c). La surface déformée est $2\alpha r_0 L$. Il existe alors une autre solution analytique qui permet d'obtenir les champs de contrainte suivant le diamètre médian du cylindre (parallèle à l'axe de chargement). On a alors d'après Lavrov

et al. [Lavrov and Vervoort, 2002] :

$$\begin{cases} \sigma_x = -\frac{2p_c}{\pi}\left\{\frac{(1-r^2)sin(2\alpha)}{1-2r^2cos(2\alpha)+r^4} - tan^{-1}\left[\frac{1+r^2}{1-r^2}tan\alpha\right]\right\} \\ \sigma_y = \frac{2p_c}{\pi}\left\{\frac{(1-r^2)sin(2\alpha)}{1-2r^2cos(2\alpha)+r^4} + tan^{-1}\left[\frac{1+r^2}{1-r^2}tan\alpha\right]\right\} \\ \sigma_{xy} = 0 \end{cases} \tag{4.2}$$

avec r la coordonnée radiale normalisée (sans unité) le long du diamètre médian, $r = 0$ le centre du cylindre et p_c la pression de compression. On peut aussi relier les efforts de compression P_c et la pression de compression p_c :

$$P_c = 2\alpha p_c r_0 L \tag{4.3}$$

Les formules de Lavrov et al. [Lavrov and Vervoort, 2002] montrent que la contrainte en traction est maximale au centre du cylindre ($r = 0$). En faisant l'hypothèse des petits angles (développement limité au premier ordre), les contraintes σ_x et σ_y s'écrivent alors :

$$\begin{cases} \sigma_x = \frac{-2p_c\alpha}{\pi} = \frac{-P_c}{r_0L\pi} = \frac{-2P_c}{D_0L\pi} \\ \sigma_y = \frac{2p_c3\alpha}{\pi} = \frac{3P_c}{r_0L\pi} = \frac{6P_c}{D_0L\pi} \end{cases} \tag{4.4}$$

avec D_0 le diamètre initial du barreau.

A l'aide de la loi de Hooke, d'autres auteurs utilisent ces différentes équations pour d'obtenir une première estimation du module d'Young E :

$$E = \frac{\sigma_y}{\epsilon_y} = \frac{6P_c}{D_0L\pi}\frac{\Delta D}{D_0} \tag{4.5}$$

avec ϵ_y la déformation diamétrale nominale verticale $\frac{\Delta D}{D_0}$ et ΔD la variation de diamètre.

Peltier [Peltier, 1954] propose l'approximation sur les déformations suivante :

$$\epsilon_x^\star = \frac{-\epsilon_y}{3+\nu} = \frac{\Delta D/D_0}{3+\nu} \tag{4.6}$$

où $\epsilon_x^\star$ est la déformation horizontale (de traction) qui permet l'ouverture de la fissure et ν le coefficient de Poisson. Ainsi, Peltier [Peltier, 1954] et Kamst et al. [Kamst et al., 1999] remontent au module d'Young apparent $E^\star$ par la relation :

$$E^\star = \frac{2P_c(3+\nu)}{\epsilon_y\pi r_0 L} \tag{4.7}$$

Nous n'utiliserons pas ici ces équations pour tenter de remonter au module d'Young. Néanmoins, les champs de contrainte calculés de manière analytique vont être comparés aux résultats éléments finis.

Les essais de compression diamétrale ont été utilisés pour déterminer les propriétés mécaniques en traction ainsi que la résistance à la rupture de nombreuses roches anisotropes [Claesson and Bohloli, 2002] [Chen et al., 1998] [Jianhong et al., 2009], et de plâtres fragiles [Fahad, 1996]. Ces essais ont également été utilisés pour déterminer les propriétés transverses de fibres polymères très anisotropes [Singletary et al., 2000b] [Singletary et al., 2000a]. Enfin, on peut même trouver des études traitant des propriétés mécaniques en traction de grains de riz reprenant les principes de l'essai Brésilien [Kamst et al., 1999].

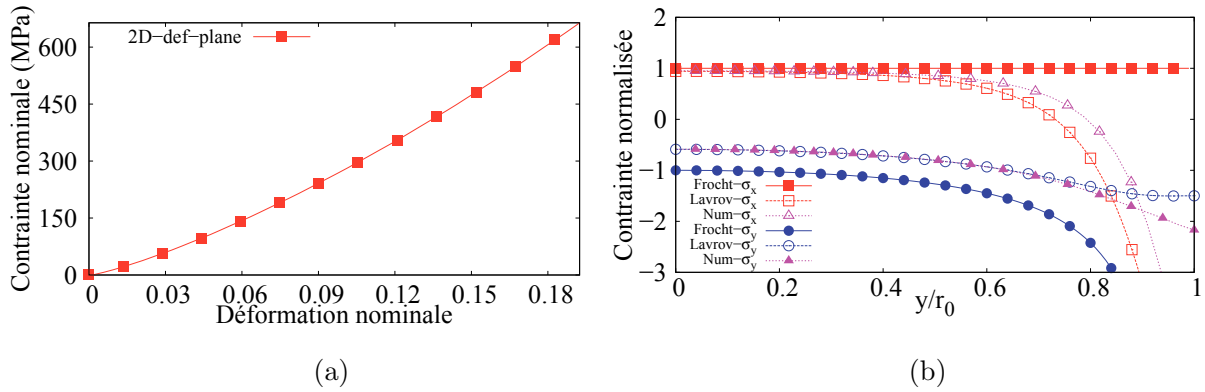


FIG. 4.2: (a) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale, calcul 2D déformation plane. (b) Comparaison calcul numérique et solutions analytiques matériau élastique isotrope. Les contraintes sont normalisées par les contraintes maximales calculées par Frocht.

Comparaison entre calcul numérique et solutions analytiques

Un modèle éléments finis 2D en déformation plane représentant l'essai de compression Brésilien est donc mis au point. La figure 4.1(b) présente le maillage mis en place. La présence d'axes de symétrie permet de ne modéliser qu'un quart de la géométrie du jonc. Le plateau de compression est également modélisé. Une loi de contact est implémentée entre la surface extérieure du jonc de la surface du plateau de compression. La figure 4.1(b) montre les conditions de symétrie appliquées au jonc. Le plateau de compression se déplace à vitesse imposée. Sur l'ensemble des nœuds situés sur l'axe de symétrie en y (bleu) est calculée la force résultante.

On va considérer le jonc comme matériau élastique isotrope. Le module d'Young n'apparaît pas directement dans les solutions analytiques (mais indirectement par l'intermédiaire de la surface d'écrasement et donc principalement par le biais de l'angle α). C'est alors l'effort résultant P_c^{2D} et l'angle α qui nous intéresse. Ici pour le calcul en 2D, P_c^{2D} s'exprime par unité de longueur du jonc. On va ensuite calculer la contrainte nominale (P_c^{2D}/D_0) en fonction de la déformation nominale ($\Delta D/D_0$) du jonc comme le montre la figure 4.2(a). On constate tout d'abord que cette courbe contrainte nominale / déformation nominale n'est pas linéaire. Ce sont en effet les conditions de contact qui viennent ajouter une non-linéarité au problème.

On calcul l'effort résultant et l'angle α pour un cas de déformation afin de pouvoir comparer simulation et solutions analytiques. On prend le cas de déformation présenté sur la figure 4.1(c) qui correspond à un effort appliqué $P_c^{2D} = 770$ N/mm. Sur la figure 4.1(c) montrant la déformée du jonc, on vient mesurer l'angle α qui permet de connaître la surface en contact. Ici, $\alpha = 12°$.

On va alors calculer analytiquement et numériquement le champ de contraintes (σ_x,σ_y) qui existe le long du rayon parallèle à l'axe de chargement (axe vert sur la figure 4.1(b)).

La figure 4.2(b) présente les différents résultats simulés et analytiques. Toutes les contraintes σ_x calculées ont été normalisées par la contrainte maximale σ_x calculée par Frocht [Frocht, 1941]. Pareillement, les contraintes σ_y calculées sont normalisées par la contrainte maximale σ_y obtenue par Frocht [Frocht, 1941].

On constate que la solution analytique proposée par Frocht [Frocht, 1941] représente la contrainte σ_x comme étant constante du centre du jonc vers la surface le long du rayon considéré (pour $x = 0$). Au centre du jonc, la valeur de σ_x calculée d'après Frocht semble en adéquation avec les autres résultats. La contrainte σ_y n'a pas de solution physique lorsque la valeur de y s'approche de r_0. En effet,

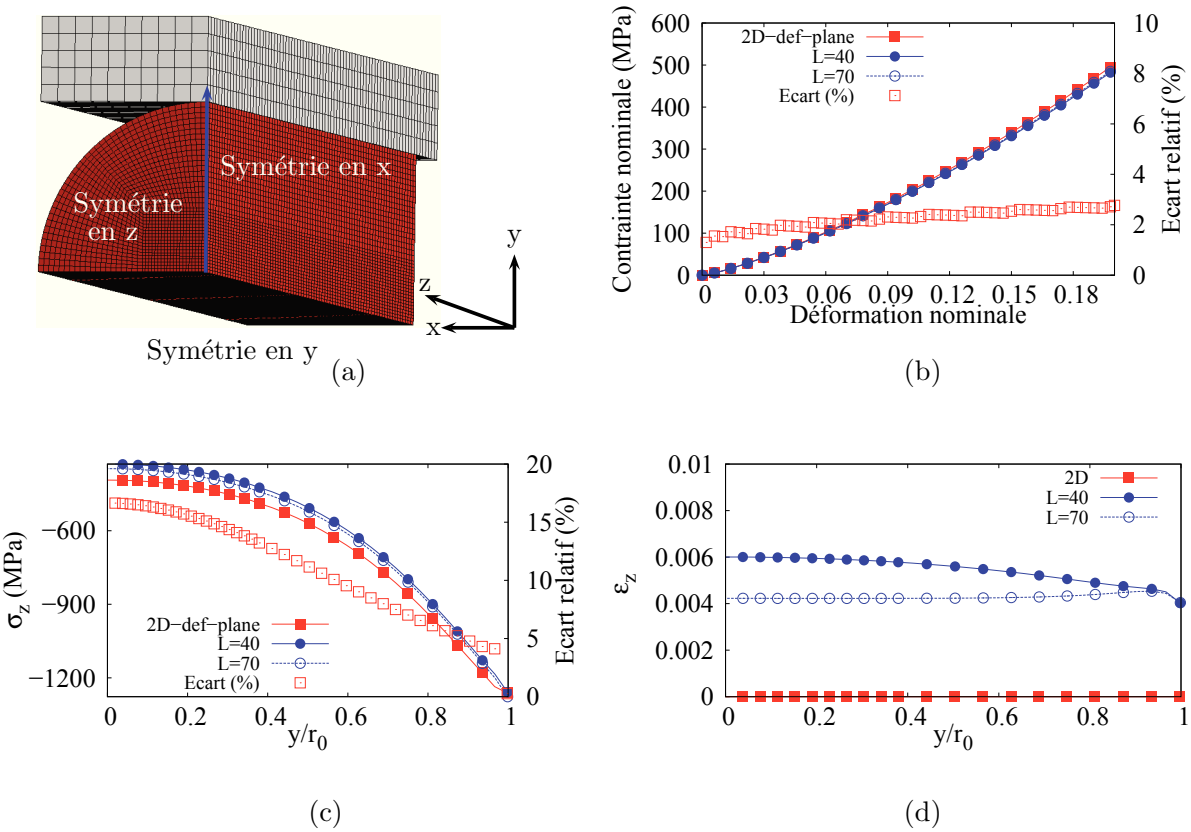


FIG. 4.3: (a) Schéma 3D du modèle de compression transverse. (b) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes longueurs de jonc. Comparaison avec le modèle 2D. (c) Contrainte σ_z en fonction des coordonnées normalisées y/r_0. Résultats 2D et 3D pour différentes longueurs de jonc. (d) Déformation ϵ_z en fonction des coordonnées normalisées y/r_0.

dans ce cas, $\sigma_y \to -\infty$. De plus cette solution surrestime la valeur de contrainte σ_y en compression par rapport aux autres résultats. Cette solution analytique semble être assez imprécise pour σ_y. On constate néanmoins que les résultats analytiques d'après Lavrov et al. [Lavrov and Vervoort, 2002] sont en adéquation avec les résultats éléments finis. En effet, contraintes simulées et analytiques sont similaires jusqu'à environ $y/r_0 = 0.8$. Le contact vient perturber les solutions proches du point d'application des forces.

Cette adéquation entre résultats simulés et solutions analytiques montre une cohérence dans la démarche entreprise. Malgré toutes les hypothèses de calcul induites par les méthodes analytiques, les champs des contraintes calculés au cœur du jonc sont du même ordre de grandeur que ceux calculés par éléments finis. Ainsi, les deux méthodes s'auto-valident sur le cas du matériau isotrope. Nous sommes aussi assurés de la bonne mise en données du calcul éléments finis. L'aspect isotrope transverse du matériau composite sera traité dans le chapitre 6.

Dimensionnement des joncs

Afin de connaître la longueur minimale de jonc nécessaire qui nous permet de modéliser l'essai de compression transverse en déformation plane, une étude paramétrique a été mise en place. Un modèle

éléments finis 3D avec des joncs de taille : 40 et 70 mm de long a donc été comparé avec le modèle 2D déformation plane précédemment présenté. Ainsi nous réalisons deux simulations, une pour chaque longueur de jonc. La figure 4.3(a) montre la géométrie 3D pour un jonc modélisé de taille 40 mm. De par la présence de nombreuses symétries, il n'est nécessaire de modéliser qu'un huitième de la géométrie du jonc comme le montre la figure 4.3(a). Les conditions aux limites liées aux symétries sont présentées sur la même figure. La face avant (symétrie en z) correspond donc en réalité au plan médian du jonc (sur z). C'est sur l'axe central du jonc (marqué en bleu) que nous allons comparer contraintes et déformations de chacun des calculs. C'est sur le même axe que nous avons comparé les solutions analytiques avec le modèle 2D. Les joncs sont toujours considérés élastiques isotropes.

La figure 4.3(b) montre les résultats numériques des contraintes nominales du jonc en fonction de sa déformation nominale. Pour le cas 2D, la contrainte nominale est définie par P_c^{2D}/D puisque P_c^{2D} est l'effort résultant par unité de longueur. Pour les cas 3D, la contrainte nominale est définie par P_c/LD avec P_c les efforts de compression 3D. Pour chacun des cas, la déformation nominale est définie par $\Delta D/D_0$. On peut alors comparer les contraintes nominales en fonction des déformations nominales pour les cas 2D et 3D comme le montre la figure 4.3(b). On peut également calculer l'écart relatif entre résultats en déformation plane et résultats en 3D. La figure 4.3(b) présente l'écart entre la simulation 2D et le jonc de longueur $L = 40$ mm. On constate alors qu'il y a moins de 3% d'écart. Cet écart est encore plus réduit pour $L = 70$ mm. Nous pouvons conclure qu'il y a peu d'influence de la longueur du jonc sur la réponse macroscopique entre modèle 2D déformation plane et modèle 3D.

Les figures 4.3(c) et (d) présentent les contraintes et déformations calculées dans la direction z suivant l'axe bleu de la figure 4.3(a) pour un déplacement appliqué de 0.8 mm. Ces figures montrent des plus grands écarts entre résultats 2D et 3D simulés. Le graphique 4.3(c) représente la contrainte σ_z le long de l'axe d'intérêt pour le calcul en 2D déformation plane et les deux cas 3D. Ici encore, on calcule l'écart relatif entre les cas 2D et 3D pour une longueur de jonc de 40 mm. On constate alors que l'écart maximal entre les contraintes calculées est de l'ordre de 15%. C'est l'erreur maximale tolérée en se basant sur la différence maximale qui existe entre les contraintes de Mises et Tresca. Ici encore, l'écart diminue en augmentant la longueur du jonc. Les contraintes σ_x, σ_y et les déformations ϵ_x et ϵ_y ont également été étudiées. Les écarts entre simulations 3D et 2D déformation plane sont inférieurs à ceux ici étudiés. Des longueurs de jonc inférieures à 40 mm ont aussi été envisagées, les écarts avec la simulation en déformation plane se sont révélés trop importants.

On remarque que dans chacun des cas, l'écart entre résultats 2D déformation plane et 3D diminue quand la longueur L du jonc augmente. Nous allons considérer que l'écart entre la simulation 3D sur une longueur de jonc de 40 mm et la simulation en déformation plane est suffisamment petit pour que les résultats similaires. Ainsi il est possible de modéliser le comportement d'un jonc de longueur 40 mm par un modèle 2D éléments finis en déformation plane. L'avantage réside dans un gain de temps de calcul non négligeable lorque l'on travaille avec de forte non-linéarité de comportement.

Ces résultats illustrent bien le fait que l'essai de compression diamétrale est un essai multiaxial. En effet, on constate qu'au centre du jonc ($y/r_0 = 0$) cohabitent de fortes contraintes de compression σ_y ainsi que de fortes contraintes de traction σ_x, contraintes susceptibles d'endommager le matériau par fissuration transverse. Il existe même des contraintes de traction σ_z le long du jonc. Il apparaît donc que les efforts appliqués par les plateaux de compression transmettent des contraintes triaxiales au jonc. La compression diamétrale est donc un essai multiaxial qui ne peut être analysé correctement que par calculs éléments finis.

La figure 4.4 présente les contraintes principales calculées le long de l'axe central du jonc (axe bleu). On se réfère ici encore aux coordonnées normalisées y/r_0. On constate que la plus grande contrainte principale σ_{P1} est positive pour les coordonnées normalisées $y/r_0 = 0$ jusqu'à environ $y/r_0 = 0.62$. En

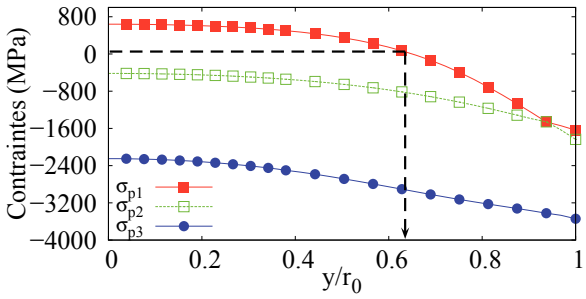


FIG. 4.4: Contraintes principales en fonction des coordonnées normalisées y/r_0.

comparant la plus grande contrainte principale σ_{P1} avec les contraintes σ_x, σ_y et σ_z on constate que les valeurs de σ_{P1} sont identiques à celles de σ_x. La plus grande contrainte principale est donc une contrainte orientée suivant l'axe x et qui tend à ouvrir une fissure existante.

Dispositif expérimental

En ce qui concerne les matériaux composites, les essais de compression diamétrale ont été utilisés pour étudier les propriétés mécaniques et la résistance à la rupture en traction sur des joncs composites pultrudés. Les travaux de Chilsom et al. [Chisholm et al., 1989] sont dédiés à l'étude des propriétés transverses et de la rupture de fibres de Kevlar et graphite noyées dans différentes matrices. Ils ont observé une influence de différents facteurs liés au procédé de fabrication du matériau et particulièrement l'adhésion fibres / matrice sur les propriétés mécaniques et la rupture des composites sous compression diamétrale. Ainsi, ils proposent l'essai Brésilien comme un essai comparatif facile à mettre en place. Parry et Wronski [Parry and Wronski, 1990] réalisèrent des mesures expérimentales indirectes des propriétés à rupture en traction de matrices époxy renforcées en fibres de verre ou de carbone soumises à des pressions extérieures hydrostatiques. Ils cherchèrent à identifier un critère de rupture fragile pour les matrices époxy. Récemment, Kar et al. [Kar et al., 2012] étudièrent également la compression diamétrale d'une matrice époxy renforcée de fibres de verre ou de carbone par pultrusion. Ils ont ainsi comparé les propriétés mécaniques transverses et les propriétés à rupture en traction de chacun des matériaux époxy-FC et époxy-FV. Complétée par une étude d'observation microscopique, ils ont montré que l'interface époxy-FV est plus résistante que l'interface époxy-FC.

Afin d'étudier le comportement mécanique transverse du composite PA6FV ainsi que la cinétique de fissuration transverse, des essais de compression diamétrale ont été réalisés.

Le dispositif expérimental est présenté sur la figure 4.5(a). Une machine de traction Instron 5982 a été utilisée. On pilote les essais en déplacement à une vitesse de déplacement de traverse de 1 mm/min. Grâce au grand écart entre la complaisance du montage et la rigidité du matériau composite, on considère que seul le jonc se déforme. On mesure le déplacement de compression appliqué tandis que la charge résultante est mesurée à l'aide d'une cellule de charge. Le dispositif de compression à proprement parler est représenté sur la figure 4.5(b). Celui-ci est constitué de deux plateaux de compression. Sur le plateau de compression inférieur est usinée une fine rainure de rayon 0.4 mm (0.05% du diamètre du jonc). Cette fine rainure empêche le jonc de rouler sur lui-même lorsque le chargement est appliqué. Le plateau supérieur est équipé d'une rotule. En effet, une bille métallique permet la rotation du plateau supérieur. Quatres ressorts amènent suffisamment de raideur entre le plateau supérieur de l'amarrage sur la traverse pour permettre un bon contact entre le plateau supérieur et le jonc composite à des chargements faibles.

Un microscope numérique Keyence VHX 600 sert de caméra et enregistre des images des joncs

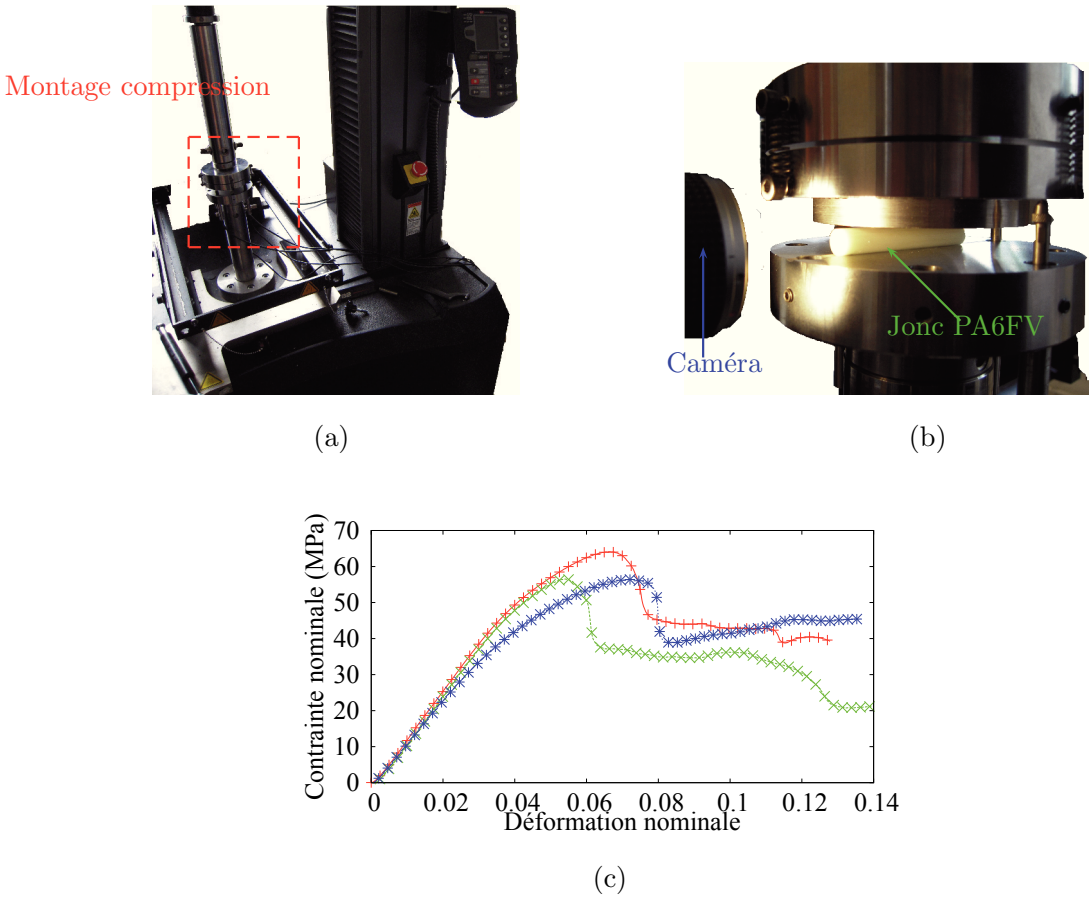
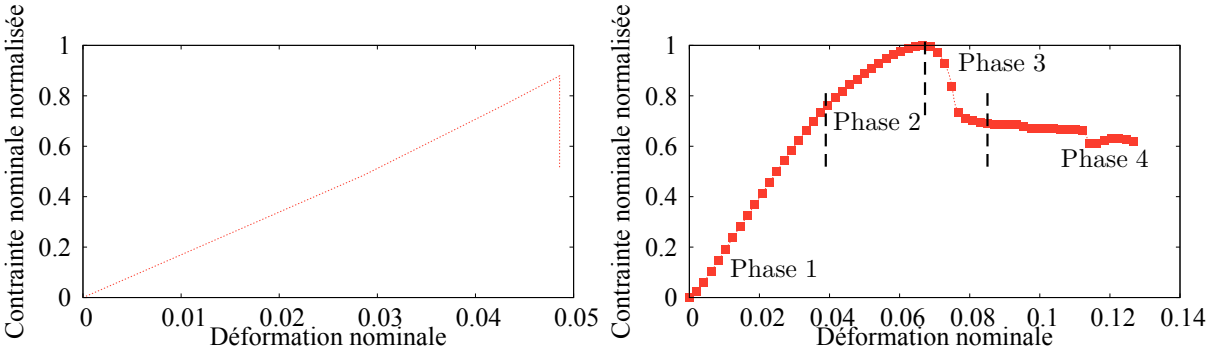


FIG. 4.5: (a) Montage expérimental de compression diamétrale. (b) Agrandissement sur le montage de compression. (c) Courbes expérimentales de compression transverse. Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale.



(a) (b)

FIG. 4.6: (a) Contrainte nominale normalisée en fonction de la déformation nominale pour un jonc à matrice époxy renforcée en fibres de verre d'après Kar et al. [Kar et al., 2012]. (b) Contrainte nominale normalisée en fonction de la déformation nominale. Courbe de référence pour PA6FV.

sous sollicitation comme le montre la figure 4.5(b).

4.1.2 Résultats expérimentaux

Variables mesurables macroscopiques

L'étude s'est portée sur deux longueurs de joncs PA6FV. Nous étudions ici des joncs de longueur $L = 40$ mm. Cette longueur a été jugée suffisante pour pouvoir en modéliser le comportement en 2D déformation plane. Toutes les courbes qui vont être présentées par la suite sont issues d'échantillons de taille $L = 40$ mm. La figure 4.5(c) représente trois courbes de compression diamétrale. On représente la contrainte nominale (F/LD_0) en fonction de la déformation nominale ($\Delta D/D_0$). On constate ici que les courbes ont la même allure bien qu'il y ait une dispersion expérimentale sur la valeur de la contrainte maximale calculée d'une part et sur la valeur de la déformation nominale associée d'autre part.

[Kar et al., 2012] et [Parry and Wronski, 1990] réalisent également des essais de compression diamétrale sur des joncs composites. La figure 4.6(a) illustre le type de courbe obtenue sur des matériaux à matrice époxy renforcée en fibres de verre. Cette courbe représentant la contrainte nominale normalisée par la contrainte nominale maximale en fonction de la déformation nominale est issue des travaux de Kar et al. [Kar et al., 2012] où la partie non linéaire en début de chargement, partie qui correspond à la mise en place du contact a été enlevée. On constate que le comportement du jonc composite est alors complètement linéaire. De plus, ils observent que la chute de contrainte nominale est liée à l'apparition d'une fissure transverse diamétrale. La rupture du jonc époxy renforcé en fibres de verre est fragile.

La figure 4.6(b) représente une courbe de "référence" du comportement du jonc PA6FV en compression diamétrale. La courbe représente la contrainte nominale normalisée par la contrainte nominale maximale en fonction de la déformation nominale. On constate alors que l'allure de cette courbe est bien différente de celle de Kar et al. [Kar et al., 2012]. On peut découper le comportement en différentes phases :

- La première phase de la courbe représente le comportement élastique.
- La seconde phase est le début de la partie inélastique de la courbe. Cette phase démarre aux alentours d'une déformation nominale ϵ_e de 0.04 et se termine par un pic de contrainte nominale (environ $\epsilon_e = 0.065$).
- La troisième phase est constituée de la chute drastique de contrainte.

(a) (b)

FIG. 4.7: (a) Joncs composite PA6FV fissurés par compression transverse. (b) Joncs matrice massive déformés par compression diamétrale.

– Enfin la dernière phase est représentée par une lente diminution de la contrainte. A la fin de celle-ci, pour une déformation nominale de 0.13 l'échantillon n'est pas encore intégralement séparé en deux.

Ainsi, le comportement du jonc à matrice PA6 est très non-linéaire contrairement à celui du jonc à matrice époxy. De plus, la rupture du PA6FV soumis à une compression diamétrale est ductile tandis que la rupture du jonc à matrice époxy est fragile. On peut alors conclure que les mécanismes de déformation et de rupture sont différents du fait de la nature de la matrice polymère.

La figure 4.7 illustre la différence des déformées entre un jonc composite et un jonc uniquement constitué de la matrice massive. En effet, la figure 4.7(a) présente des joncs composite PA6FV fissurés suite aux sollicitations multiaxiales induites par l'essai de compression diamétrale. A l'inverse, les photos de la figure 4.7(b) présentent des joncs de 7.2 mm de diamètre très déformés suites aux mêmes sollicitations. Aucune fissure diamétrale n'est présente sur les joncs à matrice massive. Ceci illustre parfaitement que les joncs PA6FV fissurent du fait de la présence des fibres qui induisent un confinement de la matrice. Soumise aux sollicitations multiaxiales la pression hydrostatique dans la matrice est importante ce qui amorce les fissures transverses.

Le champ focal du microscope numérique est très réduit (environ 2 cm). Le montage expérimental empêche donc l'obtention d'une netteté suffisante sur les joncs $L = 40$ mm. Ainsi, des essais sur joncs de longueur $L = 70$ mm ont été utilisés afin de réaliser les différentes observations. Cette différence de longueur n'est ici pas un problème dans la mesure où les mêmes phénomènes de déformation et de fissuration ont été observés sur les deux longueurs. La figure 4.8 montre les courbes de contrainte nominale (F/LD_0) en fonction de la déformation nominale ($\Delta D/D_0$) pour deux longueurs de jonc : 40 et 70 mm. Pour chacune des longueurs les courbes présentent les mêmes phases précédemment observées. Les mécanismes de déformation sont alors identiques.

La figure 4.9 montre des observations sur jonc PA6FV en cours d'essais de compression diamétrale. La surface observée correspond à l'une des deux sections transverses au sens des fibres qui compose ainsi l'une des extrémités du jonc composite. Ces deux sections seront appelées sections transverses S_t. La section S_t observée est polie avant l'essai. Le temps nécessaire à l'acquisition de l'image n'est pas assez rapide par rapport à la vitesse de déplacement appliquée ce qui détériore la qualité des images. Ainsi, les essais sont interrompus pendant le chargement pour permettre une acquisition propre de l'image. La machine d'essai est alors arrêtée puis redémarrée une fois l'image enregistrée.

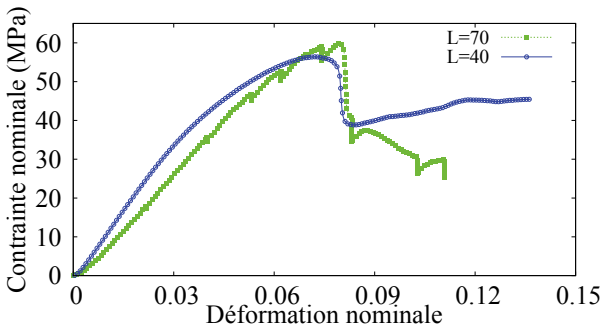
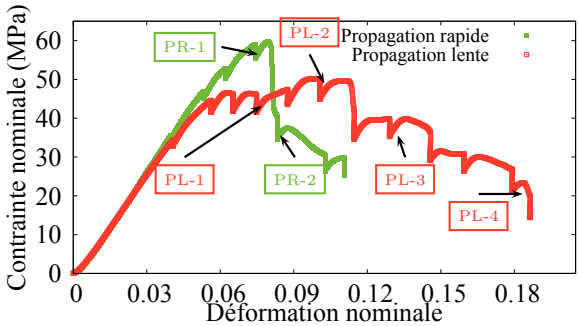


FIG. 4.8: Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour des joncs de longueur $L = 40$ mm et $L = 70$ mm. Pour $L = 70$ mm, l'essai est interrompus afin de réaliser des clichés.

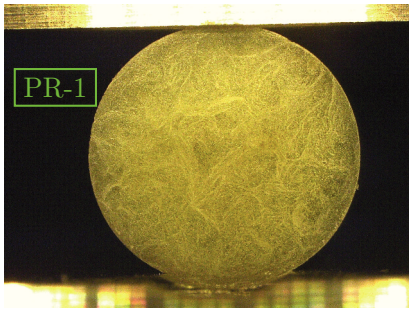
La figure 4.9(a) présente la courbe de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour deux joncs de longueur $L = 70$ mm sollicités en compression diamétrale, dont on a observé une des sections transverses S_t. Ainsi, les courbes présentent des "sauts" de contrainte qui correspondent à l'arrêt et au redémarrage de l'essai afin de réaliser les acquisitions des photos des sections. On peut remarquer que le caractère visco-plastique du comportement mécanique de la matrice est ici bien marqué avec un retard de charge dans les phases d'arrêt et de redémarrage de l'essai. On peut alors dissocier deux cas : le cas "Propagation Rapide" PR et le cas "Propagation Lente" PL représentés respectivement par les courbes verte et rouge.

Intéressons-nous tout d'abord au premier de ces cas. On constate sur la courbe PR une chute de contrainte nominale très marquée pour une déformation nominale de l'ordre de 0.084 (ce qui correspond à un déplacement appliqué d d'environ 0.65 mm). Les images présentées en 4.9(b) et 4.9(c) montrent deux photos marquées PR-1 et PR-2 qui ont été prises juste avant et après cette chute. L'image 4.9(b) ne présente que peu de blanchiment lié à l'endommagement et aucune fissure n'est observable, tandis que sur l'image 4.9(c) une fissure traversante est parfaitement identifiable. On remarquera que cette fissure n'est pas parfaitement orientée parallèlement à l'axe de chargement. Comme montré par calcul éléments finis, le champ des contraintes d'un essai de compression diamétrale est biaxial. Ainsi, il est composé de contrainte de compression suivant l'axe de chargement et de contrainte de traction en sens perpendiculaire. La fissure s'initie dans la région où les contraintes en traction sont maximum c'est à dire suivant le plan passant par le diamètre médian. Néanmoins, la petite rainure usinée sur le plateau inférieur viens perturber localement le champ des contraintes ce qui désoriente la fissure.

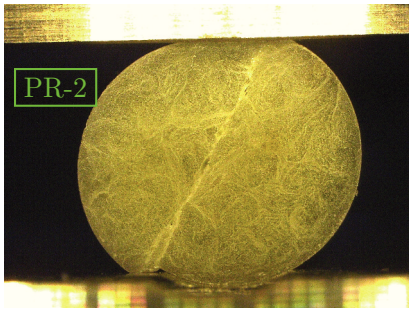
Cette analyse nous indique que la chute de contrainte nominale qui correspond à la phase 3 précédemment identifiée (figure 4.6) est liée à l'apparition d'une fissure traversante sur l'une des deux faces transverses situées aux extrémités du jonc sollicité en compression diamétrale. Du fait de la grande variabilité microstructurale du jonc composite et de la légère asymétrie du chargement (le jonc n'étant jamais parfaitement aligné suivant la direction z, celle des fibres avec l'axe de chargement) ce n'est donc qu'une seule des deux extrémités du jonc, celle qui est mécaniquement la plus "faible" qui développe en premier une fissure traversante. On appellera par la suite cette section S_t^R. Cette fissure est traversante. Initiée à mi-longueur du jonc, elle traverse celui-ci jusqu'à S_t^R. De plus, cette fissure traverse tout le diamètre de S_t^R. A cet instant, S_t^R est donc plus endommagée, plus déformée que l'autre section transverse que l'on nommera S_t^L. La figure 4.10(b) représente ces deux surfaces transverses. Du fait de la liaison rotule du montage expérimental, le plateau supérieur est alors légèrement désaligné, le chargement n'est plus symétrique. La figure 4.10 illustre les différences du chargement induites par le désalignement du plateau de compression avant et pendant la phase 4. La seconde face se déforme et est endommagée à son tour.



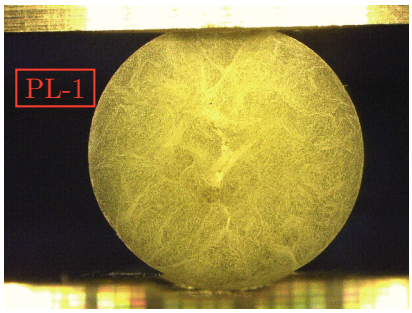
(a)



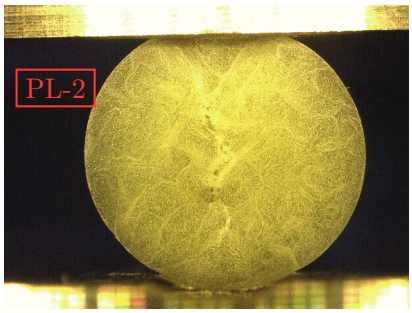
(b)



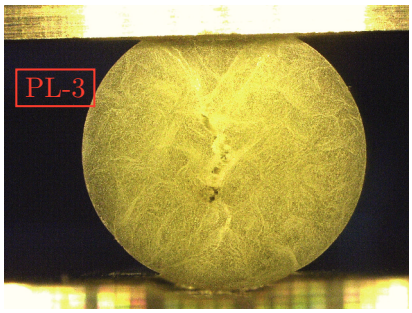
(c)



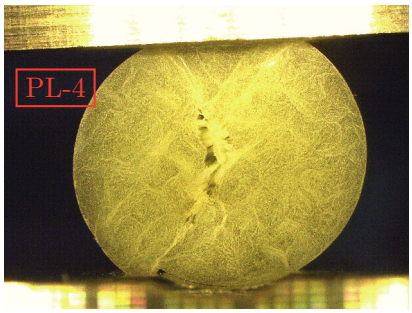
(d)



(e)



(f)



(g)

FIG. 4.9: Essais interrompus. (a) Courbes de contrainte nominale en fonction de la déformation nominale de deux joncs dont une des faces transverses est observée. (b) et (c) Observations d'une face transverse (PR) avant et après la chute de charge. (d), (e), (f) et (g) Observations d'une face transverse (PL) en cours d'essai.

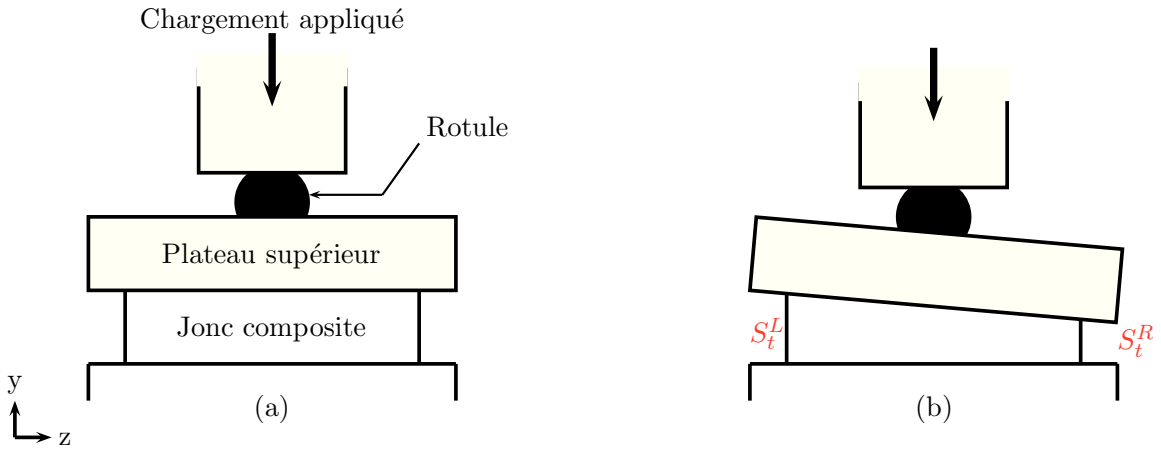


FIG. 4.10: (a) Schéma représentant le chargement symétrique avant la phase 4. (b) Schéma représentant le désalignement du plateau supérieur.

Intéressons nous maintenant au second cas PL illustré par la courbe rouge de la figure 4.9(a). Les photos 4.9(d), (e), (f) et (g) présentent l'évolution de la fissure diamétrale sur l'une des sections transverses S_t du jonc. Ces photos prises à différents déplacements appliqués sont marquées sur la courbe de la figure 4.9(a). Les clichés montrent la propagation sur la surface observée de la fissure diamétrale. On constate que même pour la photo 4.9(g) réalisée avec une déformation nominale ϵ_e de plus de 0.18 ce qui correspond à un déplacement appliqué $d = 1.4$ mm la fissure n'est pas encore traversante. Ici, les différentes photos montrent bien une fissure parallèle à l'axe de chargement. La vitesse de propagation est plutôt faible, on arrive bien à suivre l'évolution en surface de la fissure. La photo 4.9(g) présente encore une birfucation de la fissure proche de la rainure qui modifie le champ des contraintes locales. On observe en fait ici une lente propagation de fissure associée à une lente diminution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale. Ces observations illustrent les mécanismes qui prennent place dans la phase 4 de la figure 4.6(b). C'est en réalité la section transverse S_t^L qui se déforme et s'endommage. La fissure traversante est probablement déjà observable sur la section opposée S_t^R quand l'image PL-1 (fig. 4.9(d)) est prise. On remarquera qu'ici la courbe présentée montre une chute de contrainte moins marquée que les autres courbes. Puisque la matrice possède un comportement visco-plastique et que les essais sont interrompus puis redémarrés, le chargement n'est plus totalement monotone croissant ce qui peut expliquer pourquoi la contrainte maximale est moins marquée.

Ainsi, c'est un scenario de fissuration en séquence qui est ici présenté. La section transverse la plus mécaniquement faible du jonc composite S_t^R va développer une fissure traversante à la fin de la chute de la contrainte nominale (fin de la phase 3). Cette partie du jonc endommagée va désorienter le plateau supérieur ce qui déséquilibre le chargement appliqué. On rentre alors dans la phase 4 qui correspond à une diminution lente de la contrainte. La fissure se propage ensuite jusqu'à la section opposée S_t^L pour former une fissure traversante sur toute la longueur du jonc.

Le contraste de comportement entre matrice thermoplastique et thermodurcissable a encore pu être constaté au travers des différents essais de compression diamétrale réalisés avec observation de la surface des joncs. Ainsi, comme présenté dans le chapitre 2, la figure 2.6(a) représente des images d'un jonc à matrice PA6 en cours de chargement tandis que la figure 2.6(b) présente des images d'un jonc à matrice époxy. D'un côté, il a été possible de suivre l'évolution, la propagation de la fissure sur la face transverse du jonc à matrice thermoplastique. La vitesse de propagation de la fissure est lente,

une déformation importante est observée avant l'apparition de la fissure, le comportement à rupture du matériau est ductile. De l'autre, la vitesse de propagation est infinie, il est impossible de suivre la propagation de la fissure qui est soudaine, brutale et sépare le jonc en deux parties. Le matériau composite à matrice thermodurcissable possède un comportement à rupture fragile.

Bien qu'aucune fissure ni aucun endommagement n'ait été observé par microscopie sur la surface des joncs avant l'apparition de macro-fissures pendant la forte chute de contrainte nominale, nous faisons l'hypothèse qu'à mi-longueur du jonc composite, là où les contraintes sont les plus fortes, l'initiation et la croissance des fissures se font bien plus tôt dans le chargement. De plus, la macro-fissure observée est probablement le résultat d'une accumulation d'endommagement qui prend sa source au centre du jonc. Ayant étudié en détail le comportement du PA6 massif, nous faisons l'hypothèse que l'endommagement s'effectue aux alentours du pic de contrainte.

Afin de vérifier ces hypothèses, et de comprendre en profondeur les micro-mécanismes de déformation et d'endommagement, des observations microscopiques sur les faciès de rupture ont été faites. De plus, des essais de compression diamétrale interrompus couplés avec des analyses d'observation par tomographie ont été réalisés. Enfin, des essais de laminographie-X, technique dérivant de la tomographie ont permis d'affiner nos hypothèses. L'ensemble de ces techniques d'analyses nous ont permis de comprendre les micro-mécanismes de déformation et d'endommagement des joncs en PA6FV.

Mécanismes d'endommagement et de rupture à l'échelle microscopique

Cette partie est consacrée à l'étude des micro-mécanismes de déformation et d'endommagement qui prennent place lors des essais de compression diamétrale.

Essais interrompus et tomographie

Des essais de compression diamétrale interrompus ont été réalisés sur des joncs composites de longueur $L = 40$ mm. Cinq points particuliers sur la courbe de contrainte nominale en fonction de la déformation nominale ont été choisis pour que les échantillons une fois déchargés puissent être analysés par tomographie au rayons X. Par ces analyses non destructives, on cherche à identifier l'évolution de l'endommagement par rapport à la position de la déformation nominale appliquée interrompue sur la courbe non-linéaire de contrainte / déformation appliquée. La procédure expérimentale consiste à charger les éprouvettes jusqu'à une déformation nominale souhaitée ϵ_e puis à les décharger. Le premier jonc composite est chargé jusqu'à la fin de la partie élastique de la courbe : $\epsilon_e = 0.038$. L'essai réalisé sur la seconde éprouvette est quant à lui interrompu dans la première partie de la phase non-linéaire de la courbe un peu avant la contrainte nominale maximale. La déformation nominale appliqué est : $\epsilon_e = 0.050$. Le troisième spécimen est chargé jusqu'à la contrainte maximale : $\epsilon_e = 0.059$. L'essai de la quatrième éprouvette est arrêté en début de forte perte de contrainte : $\epsilon_e = 0.064$. Enfin l'essai sur le dernier jonc composite est interrompu un peu plus loin que le précédent dans la phase de forte perte de contrainte nominale : $\epsilon_e = 0.069$. Chacune des éprouvettes déchargées est alors prête à être analysée par tomographie aux rayons X.

La figure 4.11(a) présente les cinq courbes de contrainte nominale normalisée en fonction de la déformation nominale appliquée des essais interrompus sélectionnés. La déformation appliquée a été volontairement décalée pour aider à la lecture des courbes.

Des scans de tomographie-X ont donc été réalisés sur les joncs composites PA6FV au microtomographe du laboratoire Navier [1]. Les conditions expérimentales sont identiques à celles présentées dans le chapitre 3. On en rappelle ici la principale caractéristique : une résolution spatiale (taille de

[1] Le microtomographe du laboratoire Navier utilisé pour ces expériences est financé par la Région Île-de-France, la Fédération Francilienne de Mécanique et l'école des Ponts Paristech.

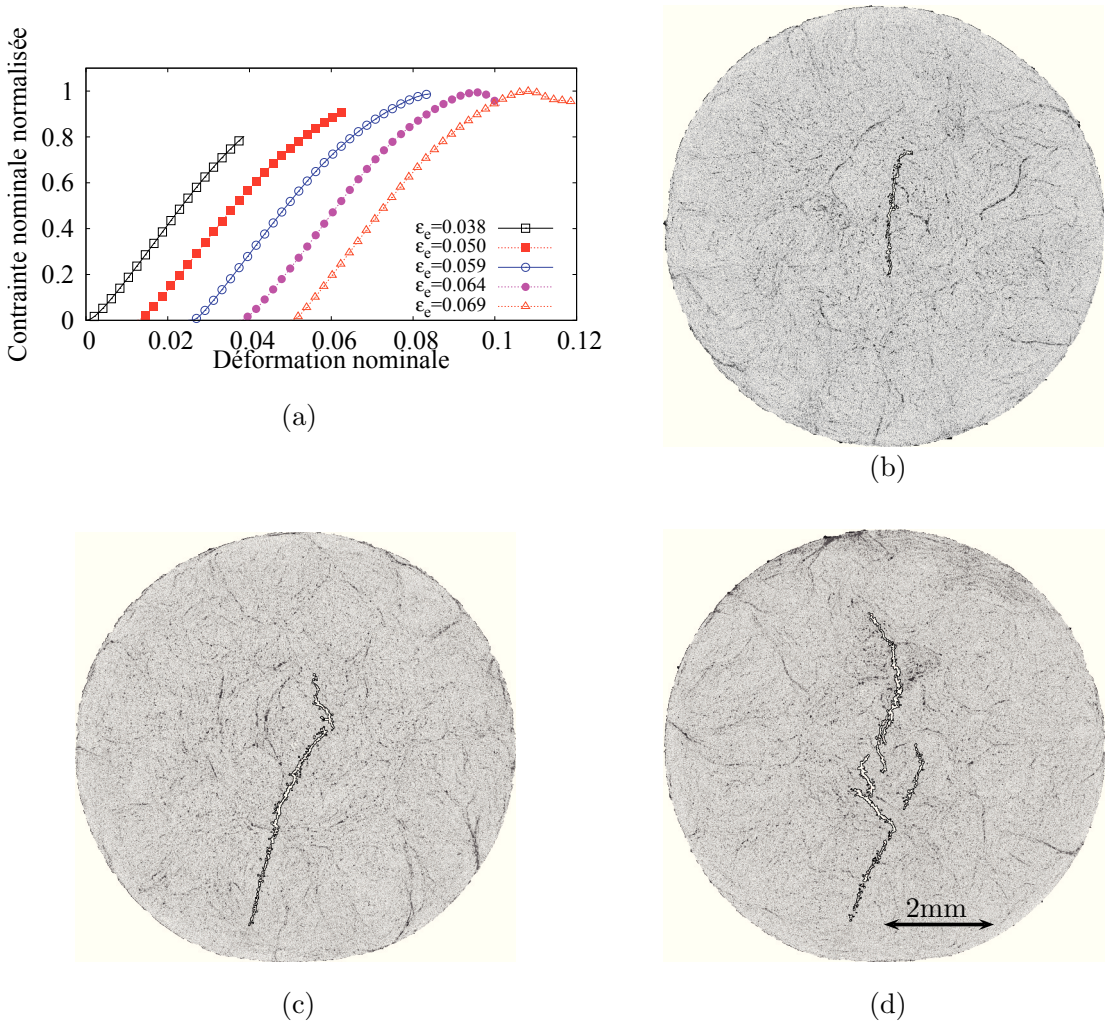
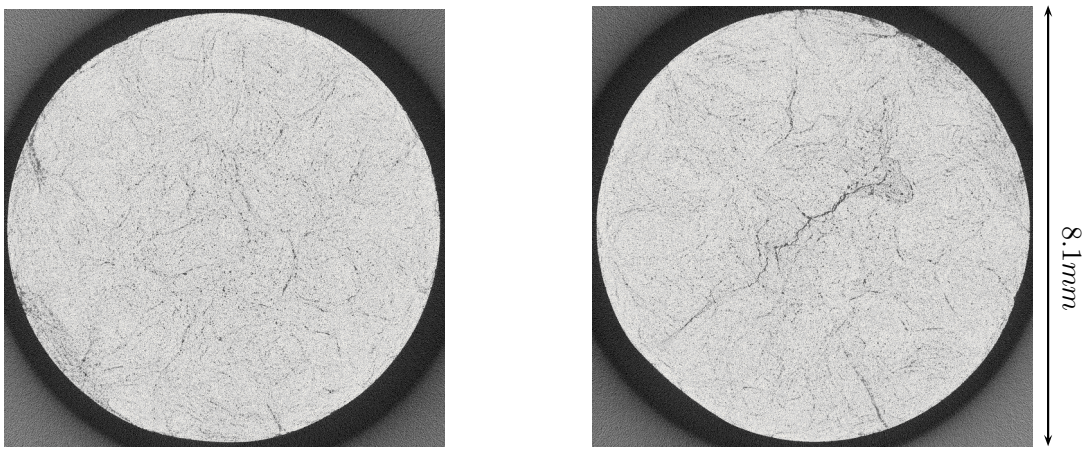


FIG. 4.11: (a) Courbes de charge normalisée en fonction du déplacement appliqué des essais interrompus. (b), (c) et (d) Images tomographiques de fissures diamétrales dans les sections transverses aux fibres pour une déformation nominale appliquée de 0.059, 0.064 et 0.069 respectivement. Images à mi-longueur.



(a) (b)

FIG. 4.12: (a) et (b) Coupes transverses de clichés de tomographie. (a) Matériau non endommagé. (b) Matériau endommagé. Images brutes.

voxel) de 5.1 μm^3. En conséquence il est possible d'observer les sections transverses complètes du jonc sur une hauteur de 5 mm. Chaque région scannée est positionnée dans la région centrale le long du jonc.

La figure 4.12 présente des coupes dans le sens transverse à la direction des fibres de clichés de tomographie. Les images présentées ici ne sont pas retravaillées après la reconstruction. Ainsi nous pouvons pleinement observer la différence dans la microstructure entre un cliché qui ne montre pas d'endommagement et un cliché qui présente une fissuration transverse. En effet les fissures sont bien identifiables sur la figure 4.12(b). L'analyse d'image développée dans la partie 3 a encore été ici utilisée. En effet, la méthode de "double seuillage" se révèle efficace pour seuiller les fissures présentes. Sur les images travaillées suivantes, les fissures sont mises en valeur à l'aide du seuillage.

Les figures 4.11(b), (c) et (d) présentent des coupes de clichés tomographiques suivant les sections transverses des joncs issus des essais interrompus. Les figures 4.11(b), (c) et (d) correspondent aux joncs dont les déformations nominales appliquées ϵ_e valent 0.059, 0.064 et 0.069 respectivement. A cette résolution de scan (1 vox pour 5.1 μm^3), aucun endommagement n'a été identifié pour deux des joncs étudiés ($\epsilon_e = 0.038$ et 0.050). Les fissures observables sont globalement alignées par rapport à l'axe de chargement de compression. La figure 4.11(b) montre une petite fissure située le long du diamètre médian, au centre du jonc. Les figures 4.11(c) et (d) présentent des fissures plus longues et plus ouvertes. Ces fissures sont présentes sur toute la hauteur du composite scannée (5 mm).

Ces clichés montrent bien qu'il y a une rapide croissance des fissures dans la section transverse lors de la compression diamétrale. Pour chacune des déformations macroscopiques appliquées $\epsilon_e = 0.059$, 0.064 et 0.069, nous avons mesuré la longueur transverse maximale L_t de la fissure induite dans le jonc à mi-longueur. Si l'on imagine la fissure inscrite dans un parallélépipède rectangle, la longueur transverse maximale de la fissure ici considérée est le second plus long côté du pavé (le plus long côté étant 5 mm la longueur scannée). Ainsi, pour une déformation nominale appliquée de 0.059, la longueur transverse maximale L_t vaut 2.3 mm. Pour une déformation appliquée de 0.064 et 0.069, L_t vaut respectivement 4.1 et 5.6 mm. On introduit alors R_l le rapport de la longueur transverse

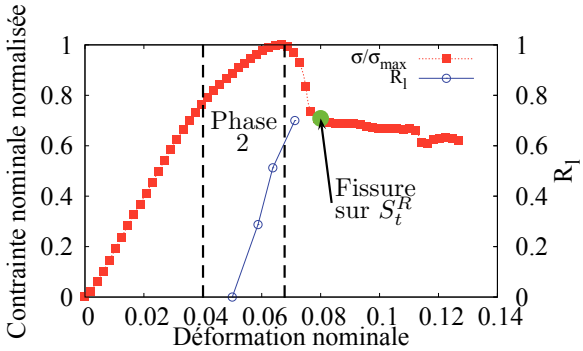


FIG. 4.13: Contrainte nominale normalisée, R_l du jonc en fonction de la déformation nominale.

maximale de la fissure à mi-longueur sur le diamètre du jonc :

$$R_l = \frac{L_t}{D_0} \tag{4.8}$$

En suivant l'évolution de ce rapport, on peut apprécier la vitesse de propagation de la fissure dans les plans transverses. Une mesure de la longueur maximale de la fissure (en observant l'intégralité du jonc composite par tomographie) le long du jonc, permettrait de déterminer la vitesse de propagation de la fissure dans le sens des fibres.

La figure 4.13 présente l'effort normalisé résultant en fonction du déplacement appliqué ainsi que l'évolution du rapport R_l en fonction du déplacement. On remarque que la forte non-linéarité de la courbe est liée à l'augmentation du rapport R_l. En effet, la diminution de charge identifiée dans la seconde phase de la courbe de chargement est directement liée à la propagation de la fissure à mi-longueur du jonc. Ainsi, la présence de cette propagation, l'augmentation de la surface fissurée induit une augmentation de la complaisance (inverse de la rigidité) ce qui se traduit par une diminution de la charge macroscopique résultante. On peut alors expliquer l'importante chute de charge de la phase 3 qui correspond à la propagation de la fissure jusqu'à la section S_t^R.

L'observation d'une simple coupe transverse issue des scans n'est pas suffisante pour comprendre la morphologie 3D des fissures.

La figure 4.14 présente différentes coupes transverses de fissures seuillées par analyse d'images. Les différentes coupes présentées sur les figures 4.14(a) et (b) se situent à intervalle régulier le long de la hauteur scannée. Ces successions de coupes transverses des fissures sont proposées afin d'apprécier la morphologie 3D des fissures. En effet, on peut ainsi suivre l'évolution géométrique des fissures le long de la zone scannée. Les figures 4.14(a) et (b) présentent les fissures dans les joncs qui ont subi une déformation nominale appliqué de 0.059 et 0.064 respectivement. Ces figures montrent clairement que les fissures possèdent des petites birfucations. La morphologie des fissures est alors probablement liée à la croissance et la coalescence de multiples petites fissures qui apparaîssent en cours de chargement.

A la vue de ces observations tomographiques, le scenario menant à la formation des macro-fissures suivant est proposé. Soumis au chargement de compression diamétrale qui induit un état de contrainte composé de contraintes de compression et de contraintes de traction, le matériau composite se déforme et la matrice confinée s'endommage. L'accumulation d'endommagement dans les zones confinées permet la croissance et la coalescence de micro-fissures. Ces micro-fissures croissent et coalescent à leur tour pour former les macro-fissures branchées de forme elliptique que l'on peut observer. L'échelle d'observation actuelle ne permet pas d'identifier les mécanismes d'endommagement qui mènent à la formation des micro-fissures.

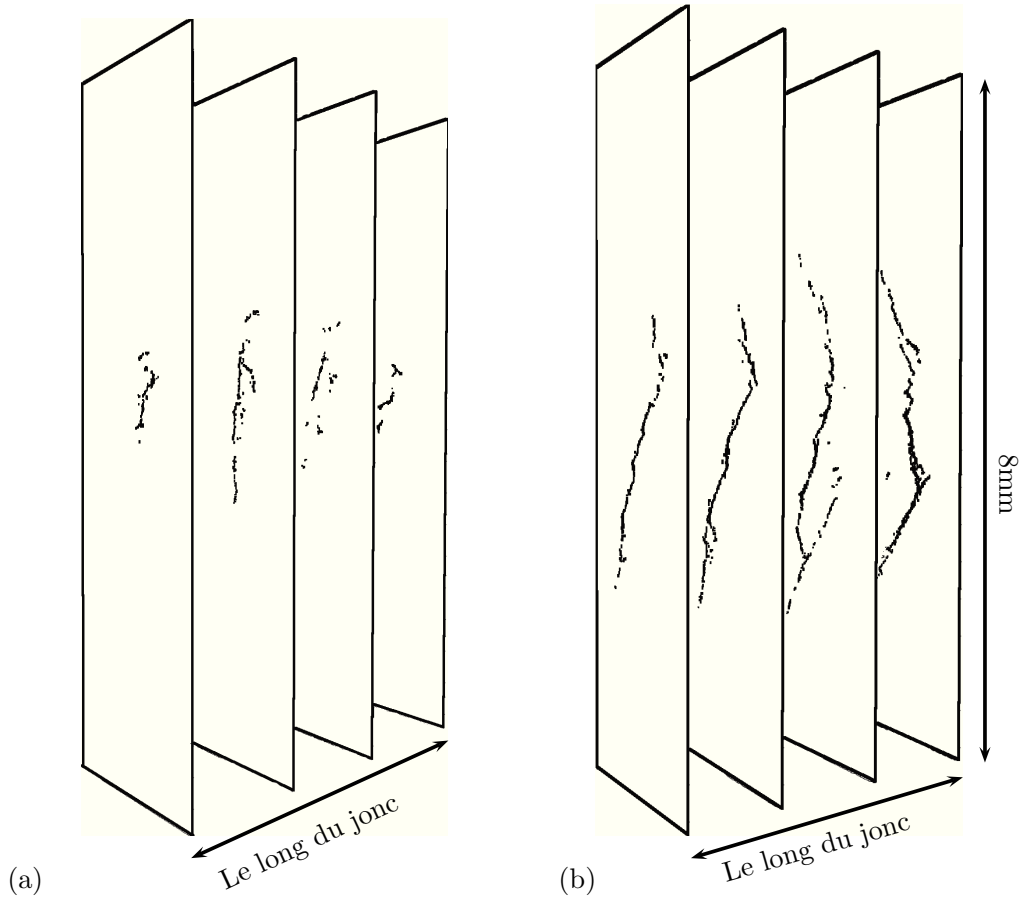


FIG. 4.14: (a) et (b) : Différentes coupes d'images segmentées qui présentent la fissure diamétrale le long des joncs composites pour des déformations nominales appliquées de 0.059 et 0.064 respectivement.

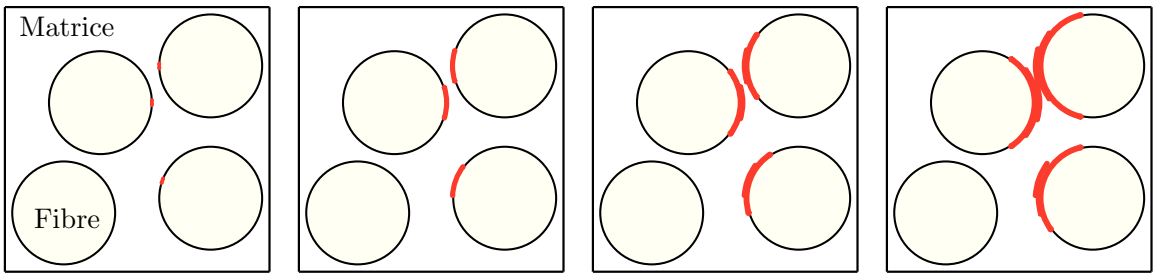


FIG. 4.15: Schéma de principe de propagation de fissure transverse par décohésion fibre/matrice.

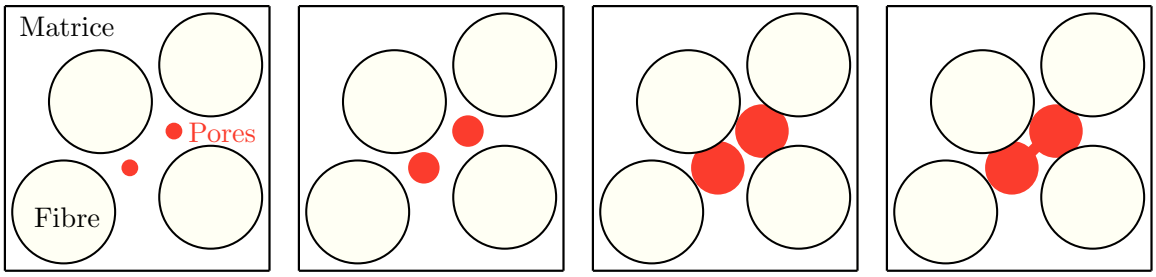


FIG. 4.16: Schéma de principe de propagation de fissure transverse par croissance et coalescence de cavités.

Il existe dans la bibliographie deux approches intéressantes sur le sujet. Les deux approches ont été développées pour analyser le comportement endommageable de matrices thermodurcissables. La première est basée sur l'existence d'une interface fibres / matrice. Quand le matériau composite est soumis à des sollicitations importantes et si les interfaces sont de mauvaise qualité, ceux-ci vont se rompre créant ainsi une série de décohésions fibres / matrice. Soumis aux sollicitations, la matrice va se déformer et déchausser de plus en plus les fibres. La matrice va former des ponts entre les décohésions. Soumis à une déformation plastique importante, ces ponts de matrice vont se rompre et ainsi permettre la coalescence des zones où les fibres sont déchaussées. Cette cinétique d'initiation et de propagation de fissure est schématisée sur la figure 4.15. Ce scenario de propagation de fissures transverses a été largement étudié pour expliquer les mécanismes d'endommagement mis en jeu par les matrices polymères thermodurcissables [Hojo et al., 2009], [Vaughan and McCarthy, 2011], [Canal et al., 2012], [Yang et al., 2012], [Kushch et al., 2011].

La seconde approche considère que l'interface fibres / matrice est de bonne qualité. Ainsi la décohésion des fibres n'a pas lieu. Ainsi Asp, Berlung et Taljera [Asp et al., 1996b], [Asp et al., 1996c], [Asp et al., 1996a] proposent des mécanismes d'endommagement et de rupture basés sur la cavitation de la matrice soumise à un état de contraintes multiaxiales. La figure 4.16 illustre cette cinétique d'endommagement dans la matrice. Des cavités initialement présentes et soumisent à des contraintes multiaxiales vont croitre. La coalescence de ces cavités permet la propagation de fissures dans la matrice.

Afin d'identifier quel mécanisme permet la propagation de fissures au sein du composite, des observations MEB post-mortem ont été réalisées sur les joncs composites testés par compression diamétrale.

Observations MEB de joncs post-mortem

Les joncs de longueur 70 mm utilisés pour observer les déformations et l'apparition des fissures macroscopiques sur le composite sous compression diamétrale ont été analysés au MEB. Les essais de compression diamétrale ont ici été interrompus durant la phase 4 du chargement. Les sections transverses poli-miroir avant essai permettent une excellente observation microscopique post-mortem. Les figures 4.17(a) et (c) sont des images MEB de sections transverses de jonc composite post-mortem. La figure 4.17(a) présente clairement les deux lèvres d'une fissure transverse. Sur chacun des bords de fissure, on peut observer des fibrilles de matrice. Ces fibrilles sont issues de phénomènes de fortes déformations de la matrice polymère. La figure 4.17(c) montre encore deux lèvres d'une fissure transverse. On peut observer quelques fibres qui sont toujours attachées aux lèvres de la fissure et forment une sorte de pont entre ces deux bords. Ici encore, de nombreuses fibrilles sont observables. La figure 4.17(b) est un grandissement sur une zone d'intérêt démarquée par des pointillés sur la figure 4.17(a). Sur cette image, on peut observer une fibre qui est presque détachée du bord de la fissure. Cette fibre est encore

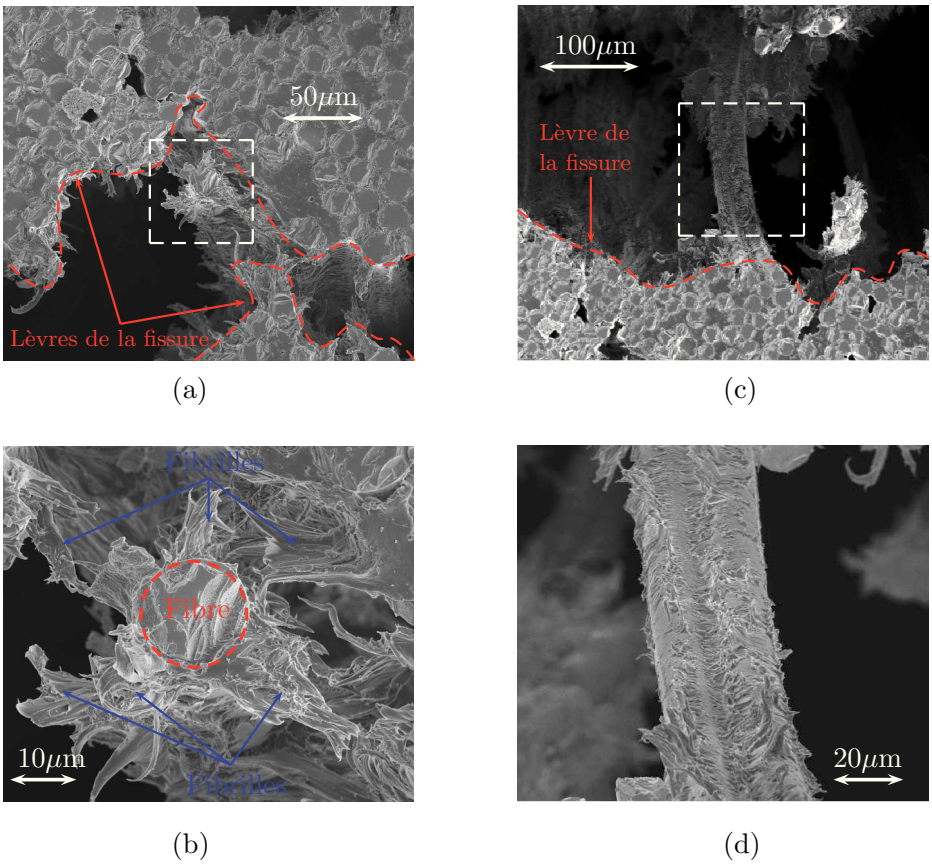
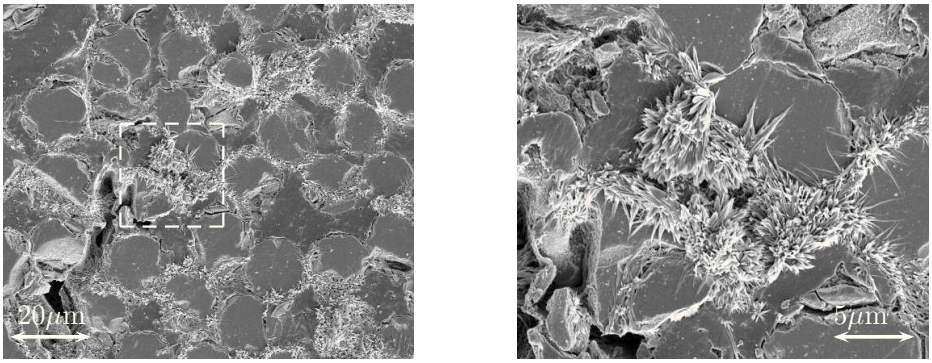


FIG. 4.17: (a), (b), (c) et (d) Images MEB sur éprouvettes de compression diamétrale post-mortem.



(a) (b)

Fig. 4.18: (a) et (b) Images MEB sur éprouvettes de compression diamétrale post-mortem. Mise en évidence de formations cristallines.

complètement noyée dans la matrice. De longues fibrilles de matrice sont observables tout autour de cette fibre. La figure 4.17(d) est également un grandissement d'une zone d'intérêt de la figure 4.17(b). Cette image montre la surface d'un groupement de fibres. On constate que sur toute la surface de ces fibres, des petites fibrilles de matrice polymère sont visibles. On constate qu'il y a très peu de surface lisse qui correspond à la surface de fibre ayant subi une décohésion fibres / matrice. Ainsi, ces observations montrent des signes d'une forte déformation de la matrice, et semblent indiquer qu'il existe une excellente cohésion entre les fibres et la matrice. L'interface fibres / matrice semble être suffisamment résistante face aux sollicitations imposées. Il y a très peu de signe de décohésion entre les fibres et la matrice. De plus la présence des macro-pores, caractérisée par un manque d'imprégnation des fibres peut être confondue avec des phénomènes de décohésions fibres / matrice.

Ainsi, la principale hypothèse qui subsiste pour expliquer les phénomènes d'initiation et de propagation des fissures est basée sur la cavitation de la matrice. Soumise à des contraintes multiaxiales, la matrice polymère confinée, très sensible à la pression hydrostatique s'endommage par croissance et coalescence de cavités. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons souhaité observer ce phénomène de croissance et de coalescence de pores à l'aide d'essais de laminographie aux rayons X.

Formation de structures cristallines

La figure 4.18 présente deux images MEB d'une section transverse du jonc composite ayant subi une compression diamétrale. Le chargement a ici aussi été interrompu durant la phase 4 du chargement. On rappelle que la surface est poli-miroir avant que le matériau ne subisse les sollicitations mécaniques. L'image 4.18(a) présente de nombreuses structures en aiguilles qui apparaissent en relief sur la surface polie. On remarque que ces structures apparaissent en différents endroits de la microstructure et se situent principalement dans les zones d'interfaces fibres / matrice. Le cliché 4.18(b) est un agrandissement de la zone encadrée de la photo précédente. On distingue ici parfaitement les structures à aiguille qui s'étalent sur les fibres environnantes. Ces structures semblent cristallines. Une hypothèse est ici avancée quant à leurs formations. Les sollicitations biaxiales introduites par l'essai de compression diamétrale entraînent une triaxialité des contraintes importante dans la matrice confinée par les fibres. Comme nous le verrons dans le chapitre suivant, l'auto-échauffement peut être localement très important lorsque la matrice est soumise à un chargement triaxial. On peut alors supposer que l'auto-échauffement de la matrice confinée peut être suffisamment important pour que la

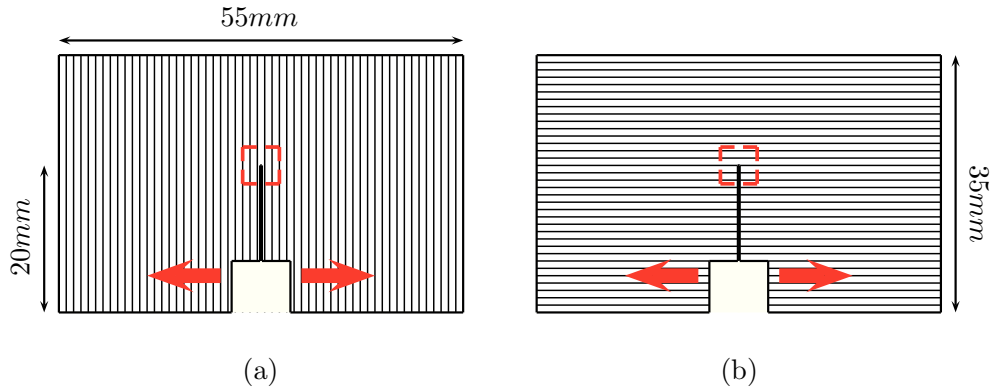


FIG. 4.19: Schéma des éprouvettes CT pour propagation de fissures. (a) Entaille dans la direction des fibres. (b) Entaille dans la direction transverse aux fibres.

température de transition vitreuse soit atteinte. Les chaînes polymères sont alors plus mobiles. Dans la phase 4 il a été observé que le désalignement du plateau de compression supérieur conduit à une asymétrie de chargement. Le chargement s'apparente à une pression appliquée sur un tube de pâte dentifrice. Ainsi, les parties les plus molles et les plus mobiles "s'écoulent" en surface. Les chaînes polymères crystallisent alors en surface du jonc composite et constituent ces structures en aiguilles.

4.2 Essais sur éprouvette de type CT *in-situ* en laminographie

Afin d'étudier plus en détails la mécanique d'initiation et de propagation des fissures, des essais sur éprouvette CT ont été réalisés. Ces éprouvettes sont constituées de plaques de matériau composite de dimensions $(35 \times 55 \times 1.5)$ mm^3. Une fine entaille est usinée à l'aide d'une scie à fil diamanté de diamètre 0.25 mm. Cette entaille est orientée suivant le sens des fibres ou dans le sens perpendiculaire aux fibres. Un petit outil permet d'appliquer manuellement un déplacement entre les bords de l'entaille. Ainsi une fissure s'initie en pointe d'entaille dont on peut contrôler la propagation.

La figure 4.19 présente un schéma de principe des essais de propagation de fissure. La figure 4.19(a) montre une éprouvette dont l'entaille est orientée dans le sens des fibres, tandis que la figure 4.19(b) présente une éprouvette dont l'entaille est dans le sens perpendiculaire (transverse) aux fibres. Les flèches rouges indiquent l'emplacement où l'outil à vis applique un déplacement. Le pas de vis correspond à 1 mm par tour de vis.

L'essai consiste alors à imposer une ouverture d'entaille sur l'éprouvette CT. Une caméra permet de suivre la propagation surfacique de la fissure. La zone d'observation est représentée sur la figure 4.19 par un cadre rouge.

4.2.1 Observations à l'échelle macroscopique

Les figures 4.20 et 4.21 présentent des photos des différents stades de chargement réalisés. La figure 4.20 présente les stades de chargement avec l'entaille dans le sens des fibres. Les photos de la figure 4.21 montrent les cas de chargement avec l'entaille en sens transverse. Tv est le déplacement appliqué par l'outil à vis. Sur la figure 4.20 on remarque que la pointe de l'entaille blanchit avec le chargement appliqué. En effet, à partir de $Tv = 0.75$ mm appliqué, le blanchiment est net. C'est aussi à partir de 0.75 mm de déplacement qu'on perçoit l'initiation de la fissure en surface près du bord droit de l'entaille. On peut alors suivre en surface la propagation de cette fissure en fonction du chargement. La zone blanchie est aussi de plus en plus étendue. On constate de plus qu'une seconde fissure s'est initiée et s'est propagée en surface. Celle-ci est bien observable pour $Tv = 1.25$ mm. Pour une entaille

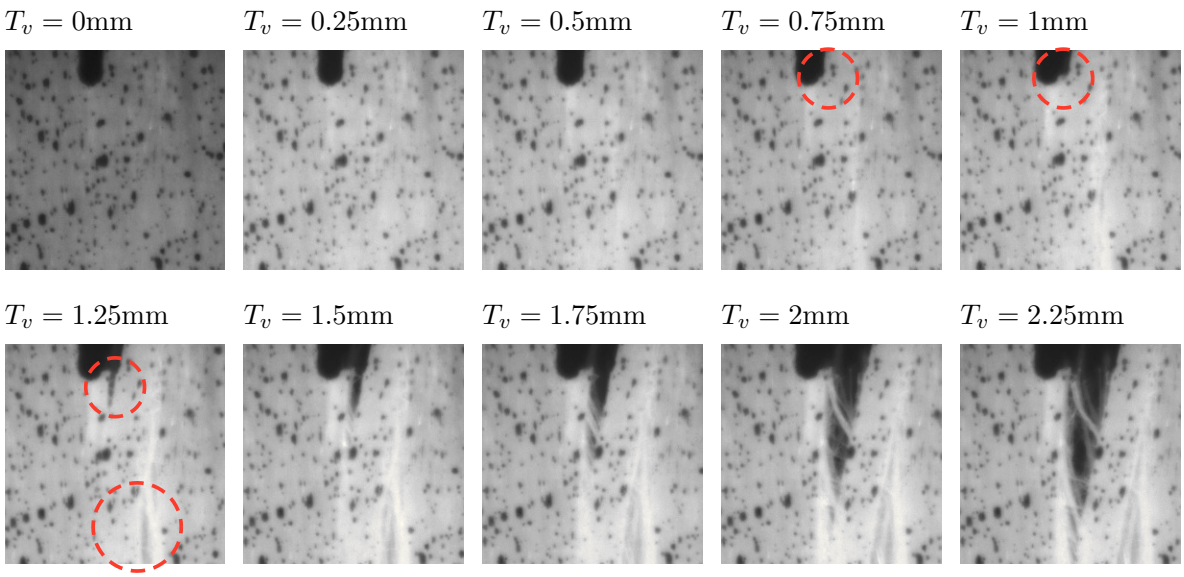


FIG. 4.20: Essais sur éprouvettes CT. Chargement progressif. Entaille dans le sens des fibres. Tv est le déplacement appliqué.

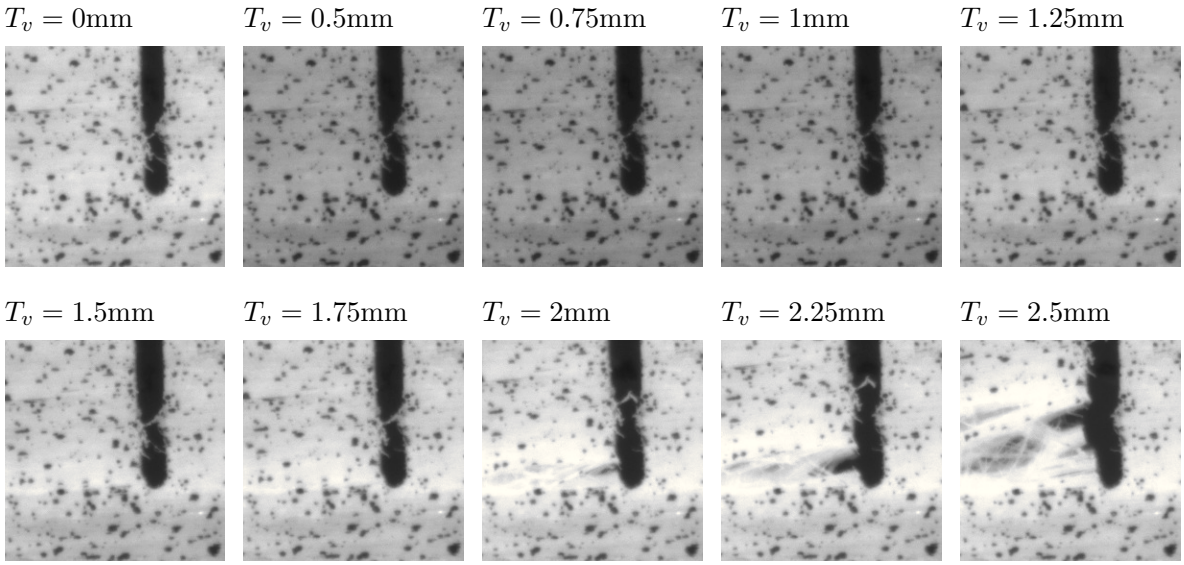


FIG. 4.21: Essais sur éprouvettes CT. Chargement progressif. Entaille dans le sens transverse aux fibres. Tv est le déplacement appliqué.

usinée dans le sens des fibres, les fissures se propagent dans la direction des fibres.

La figure 4.21 montre des résultats similaires. En effet, un blanchiment apparaît avant la fissure en surface. Ici le blanchiment est bien visible pour $Tv = 1.5$ mm. La fissure se propage aussi ici dans le sens des fibres donc perpendiculairement à l'orientation de l'entaille.

En définitive, quel que soit le sens de l'implémentation de l'entaille, les fissures se propagent dans le sens des fibres. Le blanchiment accompagne l'initiation et la propagation des fissures.

4.2.2 Observations à l'échelle de la microstructure

Afin de comprendre en profondeur les mécanismes mis en jeu, ces essais de propagation de fissures ont été couplés aux techniques de laminographie aux rayons X. En effet, la technique de laminographie aux rayons X [Maire et al., 2012] est une technique qui dérive de la tomographie. Cette technique permet l'inspection et la reconstruction d'images 3D de la microstructure d'un matériau présent sous forme de plaque. Ainsi, nous reproduisons l'expérience précédente en scannant les différents états de chargement. Ces essais de laminographie ont été réalisés sur la ligne ID19 de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) à Grenoble. Le faisceau parallèle est monochromatique d'énergie 25 KeV et traverse l'échantillon. Il passe ensuite dans un scintillateur. Les rayons X sont alors collectés par une caméra CCD Frelon de résolution 2048×2048 pixels. Ce montage expérimental permet alors une taille de voxel de 0.7 μm^3. Les scans ont une taille d'environ 1.5 mm^3. La zone scannée est toujours la même et est située proche du fond d'entaille comme le montre la figure 4.19.

Deux éprouvettes ont ainsi été analysées. La première éprouvette présente une entaille dans le sens des fibres. Celle-ci est scannée pour $Tv = 0$, 0.75 et 0.875 mm de déplacement appliqué au bord d'entaille. La seconde éprouvette, dont l'entaille est orientée perpendiculairement au sens des fibres est quand à elle scannée pour des déplacements appliqués $Tv = 0$, 0.75 et 1 mm. On peut alors suivre in-situ l'évolution de l'endommagement.

La figure 4.22 présente des coupes à environ mi-épaisseur des volumes 3D reconstruits de l'éprouvette dont l'entaille est dans le sens des fibres. L'image 4.22(a) montre une coupe de matériau non endommagé, pour $Tv = 0$ mm. On peut distinguer le fond d'entaille dans la partie inférieure de l'image. On peut alors retrouver les éléments de la microstructure relevés dans le chapitre 3. Les fibres apparaîssent de couleur gris clair, la matrice gris foncé et les porosités sont les zones les plus foncées. Sur la figure 4.22(a) sont indiquées quelques macro-porosités (ellipses rouges). On indique sur cette image une zone d'intérêt encadrée de pointillés blancs. La figure 4.22(c) est un zoom sur cette zone d'intérêt. Ici, on remarque des grappes de petites porosités sphériques dans la matrice. Ce sont les micro-porosités. Une petite macro-porosité (environ 30 μm de long) est également identifiée dans cette image.

La figure 4.22(b) représente la même microstructure précédente à laquelle un déplacement $Tv = 0.875$ mm a été appliqué. Les flèches noires symbolisent ce déplacement appliqué. On constate des désorientations de fibres importantes sur le bord gauche de l'image ainsi que dans la prolongation de l'entaille. On remarque que la fissure s'est propagée de presque 1 mm à mi-épaisseur alors qu'elle n'est qu'à peine amorcée en surface d'après la figure 4.20. On rappellera que l'épaisseur des plaques est 1.5 mm.

La figure 4.22(d) est un zoom sur la zone d'intérêt endommagée. On constate des croissances bien marquées des porosités. En effet, la micro-porosité cerclée a subi une croissance. La macro-porosité de petite taille a subi elle aussi une nette croissance. Le long des bords de la fissure, on remarque des fibrilles de matrice identiques à celles observées sur les faciès MEB post-mortem.

La figure 4.23 représente des volumes reconstruits de taille $(560 \times 135 \times 15)$ mm^3. Ces volumes sont extraits des reconstructions de l'échantillon dont l'entaille est orientée dans le sens des fibres.

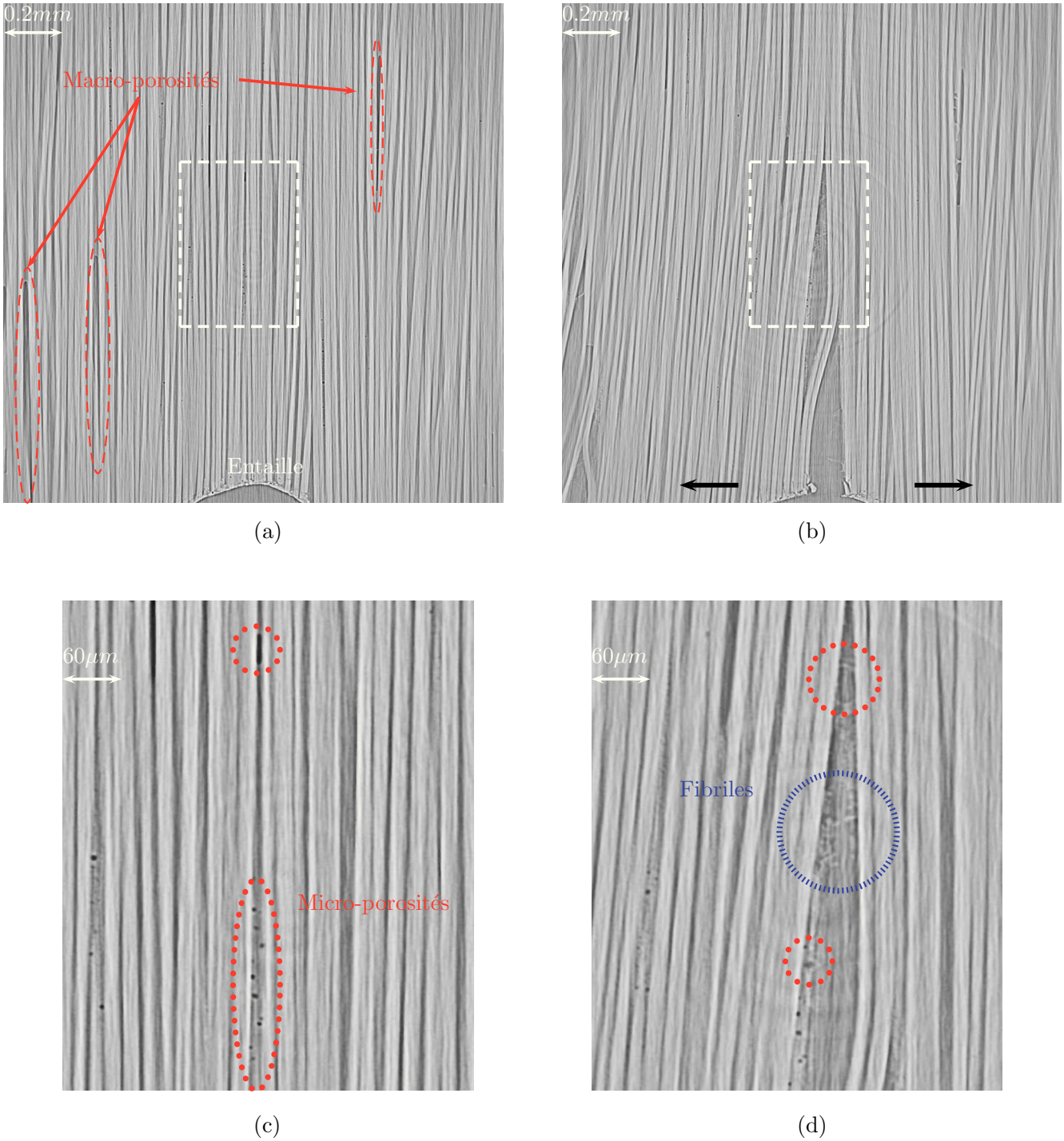
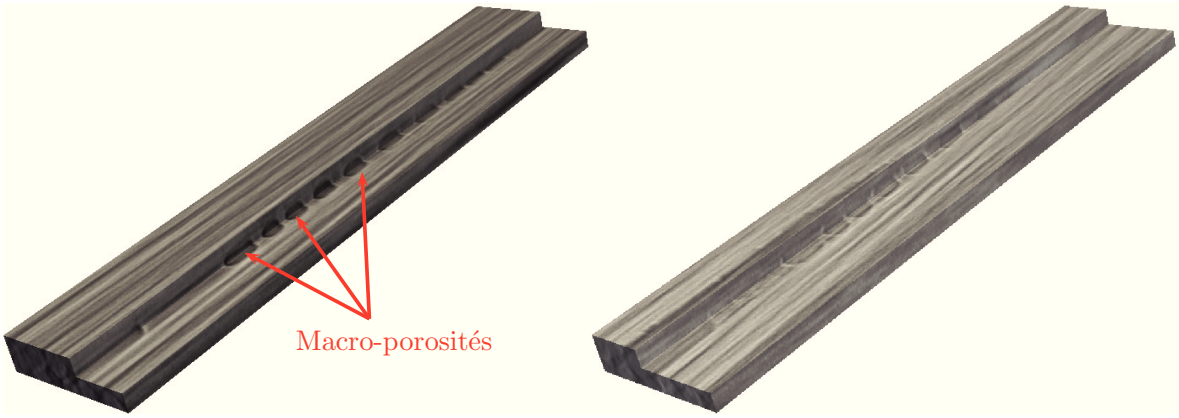


FIG. 4.22: Laminographie avec entaille dans le sens des fibres : coupes à mi-épaisseur. (a) Composite non endommagé. (b) Composite endommagé. Une zone d'intérêt est représentée par des pointillés blancs. (c) Agrandissement sur la zone d'intérêt, matériau non endommagé. (d) Agrandissement sur la zone d'intérêt, matériau endommagé.



(a) (b)

FIG. 4.23: Laminographie, volumes reconstruits de dimension : $560 \times 135 \times 15\mu m^3$. (a) Matériau non endommagé. (b) Matériau endommagé.

Le volume 4.23(a) représente l'état de la microstructure initiale de l'échantillon. On peut observer la présence de nombreuses macro-porosités (une dizaine) de petites taille, environ 15 μm de long. Ces porosités sont des bulles créées par un manque d'imprégnation des fibres. Elles forment une sorte de chapelet et sont séparées les unes des autres par un mur de matrice polymère.

La figure 4.23(b) représente ce même volume auquel un déplacement $Tv = 0.75$ mm a été appliqué. Sur le volume déformé, on remarque que chacun des pores a subi une croissance. Les murs de matière polymère se sont également déformés et sont plus fin que sur la microstructure initiale. On peut ici observer que la croissance est tridimensionnelle.

La figure 4.24 montre des coupes à environ mi-épaisseur des volumes 3D reconstruits de l'éprouvette dont l'entaille est dans le sens transverse aux fibres. L'image 4.24(a) montre une coupe de matériau qui présente la microstructure initiale du composite pour $Tv = 0$ mm. L'entaille est ici bien identifiable. Les macro-porosités sont nombreuses et de tailles importantes. Quelques unes de celles-ci sont encerclées en rouge. Les essais présentés sur la figure 4.21 ont montré que la propagation des fissures s'effectue dans le sens des fibres. Ainsi, la zone d'intérêt est présentée (cadre blanc) à gauche de l'entaille.

La figure 4.24(b) présente la même microstructure déformée par l'application d'un déplacement $Tv = 1$ mm sur les bords de l'entaille. On constate qu'une fissure s'est formée dans la zone d'intérêt ainsi qu'en haut de l'image. Ici encore, il y a de nombreuses fibres désorientées. Ces signes d'endommagement sont bien visibles au cœur du matériau alors que pour 1 mm de déplacement aucun signe d'endommagement n'est encore visible en surface comme le montre la figure 4.21.

Les images 4.24(c), (d) et (e) présentent l'évolution d'une microstructure du matériau composite en fonction du déplacement appliqué. Ces images ont été extraites de la zone d'intérêt ou s'initie et se propage une fissure. L'image 4.24(c) représente la morphologie de la microstructure initiale, sans déformation. Deux porosités de forme allongées sont présentées. Elles sont séparées d'un mur de matière polymère. De plus, un autre mur de polymère sépare la plus petite porosité du fond d'entaille. La figure 4.24(d) présente l'évolution de la microstructure lorsqu'un déplacement $Tv = 0.75$ mm est appliqué. Ici encore, on constate une croissance des cavités. Le mur de polymère s'est déformé et est aminci dans l'épaisseur. La cavité a presque atteint le bord de l'entaille. Seul un très fin mur de polymère sépare encore l'entaille de la cavité. La figure 4.24(e) montre l'évolution de la morphologie de la microstructure lorsqu'un déplacement $Tv = 1$ mm est appliqué aux bords de l'entaille. Les fins

murs de matrice polymère séparant les deux cavités entre elles et l'entaille sont rompus à cause de la forte croissance des cavités. Ainsi les porosités ont coalescé et permettent la propagation de la fissure. Les murs de polymère rompus restent attachés aux fibres et forment ainsi les fibrilles observées au MEB.

4.2.3 Eléments sur la propagation de fissure

Afin d'alimenter la modélisation par éléments finis sur la propagation de fissure, nous allons étudier l'état de la fissure en fonction de la déformation mesurée localement sur l'essai de propagation de fissure effectuée sur les éprouvettes CT. On sélectionne alors un volume éloigné du fond d'entaille pour que la sollicitation du matériau soit essentiellement de la traction. La figure 4.25(a) présente un cliché de laminographie aux rayons X d'une coupe longitudinale (dans le sens des fibres) du matériau composite dans son état initial (sans sollicitation appliquée).

On cherche a placer des marqueurs afin de suivre le champ de déplacement local. Il faut pour cela s'appuyer sur des formes morphologiquement reconnaissables. On choisit le bord d'une porosité très alongée ainsi que celui d'une porosité sphérique. On peut tracer deux lignes fictives perpendiculaires à la direction des fibres. Ces deux lignes sont espacées d'environ 70 μm. On trace alors deux autres parallèles espacées de 70 μm également. Ces lignes de construction nous permettent de placer des marqueurs. Ces marqueurs sont placés le long de deux interfaces fibre-matrice bien reconnaissable par un fort gradient de gris. On place alors les points 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 et 8 aux intersections des droites horizontales de construction et des interfaces verticales. Le placement est en fait judicieux puisqu'on souhaite faire propager la fissure entre chacun des couples de points. La distance entre les couples (1 - 2), (3 - 4), (5 - 6), et (7 - 8) est identique et vaut 95 μm, taille approximative de la cellule éléments finis en cours d'étude.

La figure 4.25(b) présente un cliché de la même coupe que la figure 4.25(a) du matériau composite ayant subi une déformation. Les flèches rouges indiquent la direction des sollicitations de traction. En effet, un déplacement de 0.875 mm a été appliqué entre les bords de l'entaille de l'éprouvette CT. On constate qu'une fissure s'est propagée. Les points $1'$, $2'$, $3'$, $4'$, $5'$, $6'$, $7'$ et $8'$ représentent les marqueurs précédemment établis sur le matériau déformé. On constate que la fissure et la pointe de fissure sont encadrées par les couples de marqueurs placés. On peut alors dans un premier temps mesurer les distances ($1'$ - $2'$), ($3'$ - $4'$), ($5'$ - $6'$), et ($7'$ - $8'$) qui sont les déplacements pour obtenir une déformation locale appliquée. On trouve une déformation de 0.01 appliquée sur le couple ($1'$ - $2'$), 0.04 sur ($3'$ - $4'$), 0.07 sur ($5'$ - $6'$) et enfin 0.1 sur ($7'$ - $8'$).

Nous réalisons ensuite des coupes dans la direction transverse aux fibres le long des couples de marqueurs déformés. Les figures 4.25(c), (d), (e) et (f) présentent ces différentes coupes. Le plan de la figure 4.25(b) se retrouve ici à mi-épaisseur et est symbolisé par des pointillés rouges. Pour aider à la lecture, les marqueurs sont ici replacés sur chacune des coupes transverses. La figure 4.25(c) montre la coupe transverse suivant le couple ($1'$ - $2'$) pour une déformation locale de 0.01 appliquée. On constate peu d'endommagement visible sur la surface de la coupe. Le cliché 4.25(d) présente la coupe transverse aux fibres suivant le couple de marqueur ($3'$ - $4'$), soit pour une déformation locale appliquée de 0.04. On constate la présence de zones endommagées (zones en gris foncé) qui sont indiquées par des cercles rouges. La différence d'endommagement est bien marquée en comparant avec la coupe précédente. La figure 4.25(e) montre la coupe transverse suivant les marqueurs ($5'$ - $6'$) pour une déformation locale appliquée de 0.07. On constate ici que la fissure traverse déjà la surface considérée. C'est de plus une multi-fissuration. La fissure est marquée par une bande sombre entre les fibres. Enfin le cliché 4.25(f) présente la coupe suivant les marqueurs ($7'$ - $8'$) soit pour une déformation appliquée de 0.1. Ici la fissure multiple est bien reconnaissable. En comparant avec le cliché précédent, on observe une ouverture de la fissure. Les flèches rouges représentent la direction de sollicitation en traction. On constate que les fissures sont perpendiculairement orientées à cette direction.

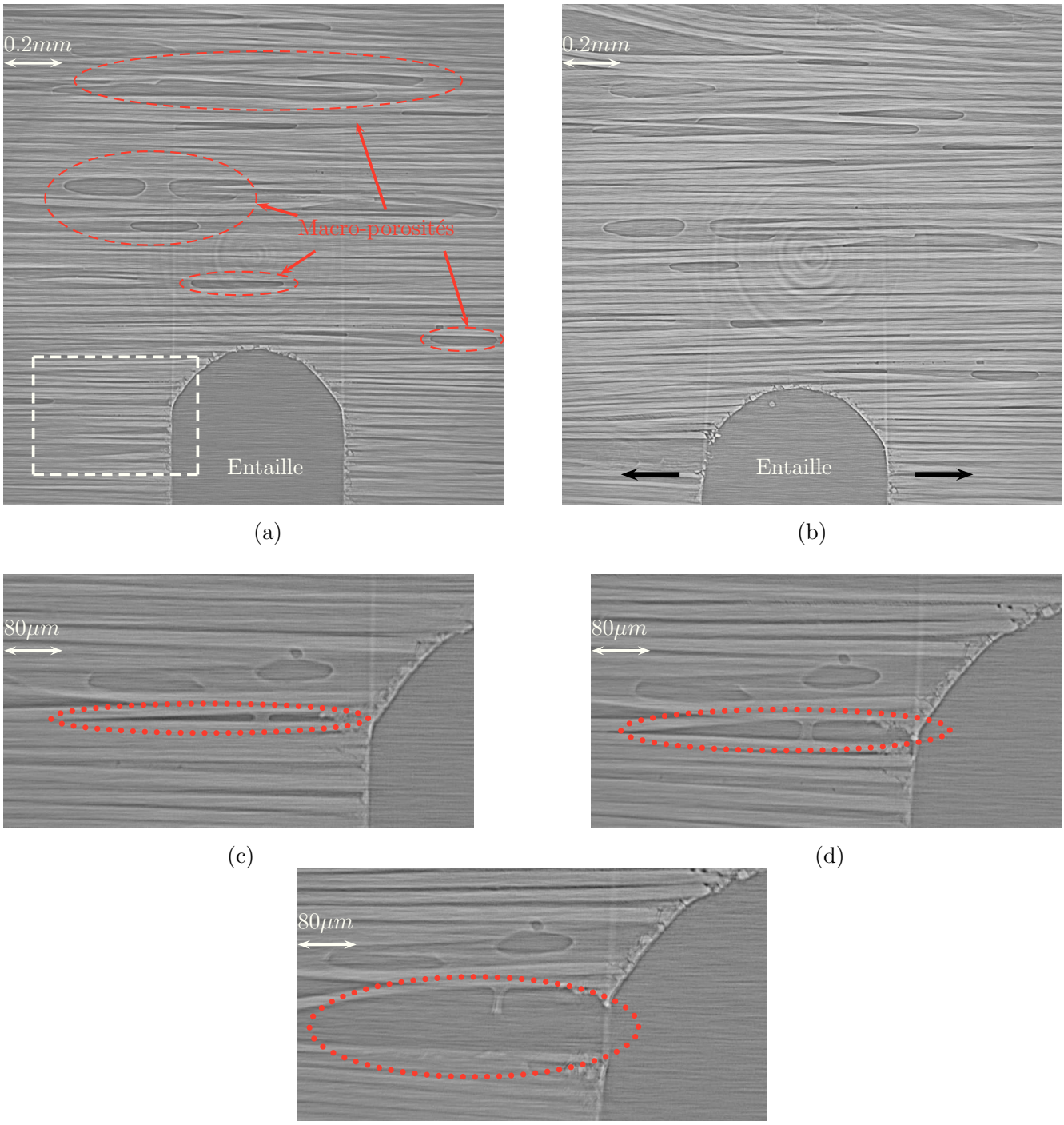


FIG. 4.24: Laminographie avec entaille dans le sens perpendiculaire aux fibres : coupes à mi-épaisseur. (a) Composite non endommagé. (b) Composite endommagé. Une zone d'intérêt est représenté par des pointillés blancs. (c), (d) et (e) Agrandissements sur la zone d'intérêt, matériau sous sollicitation progressive.

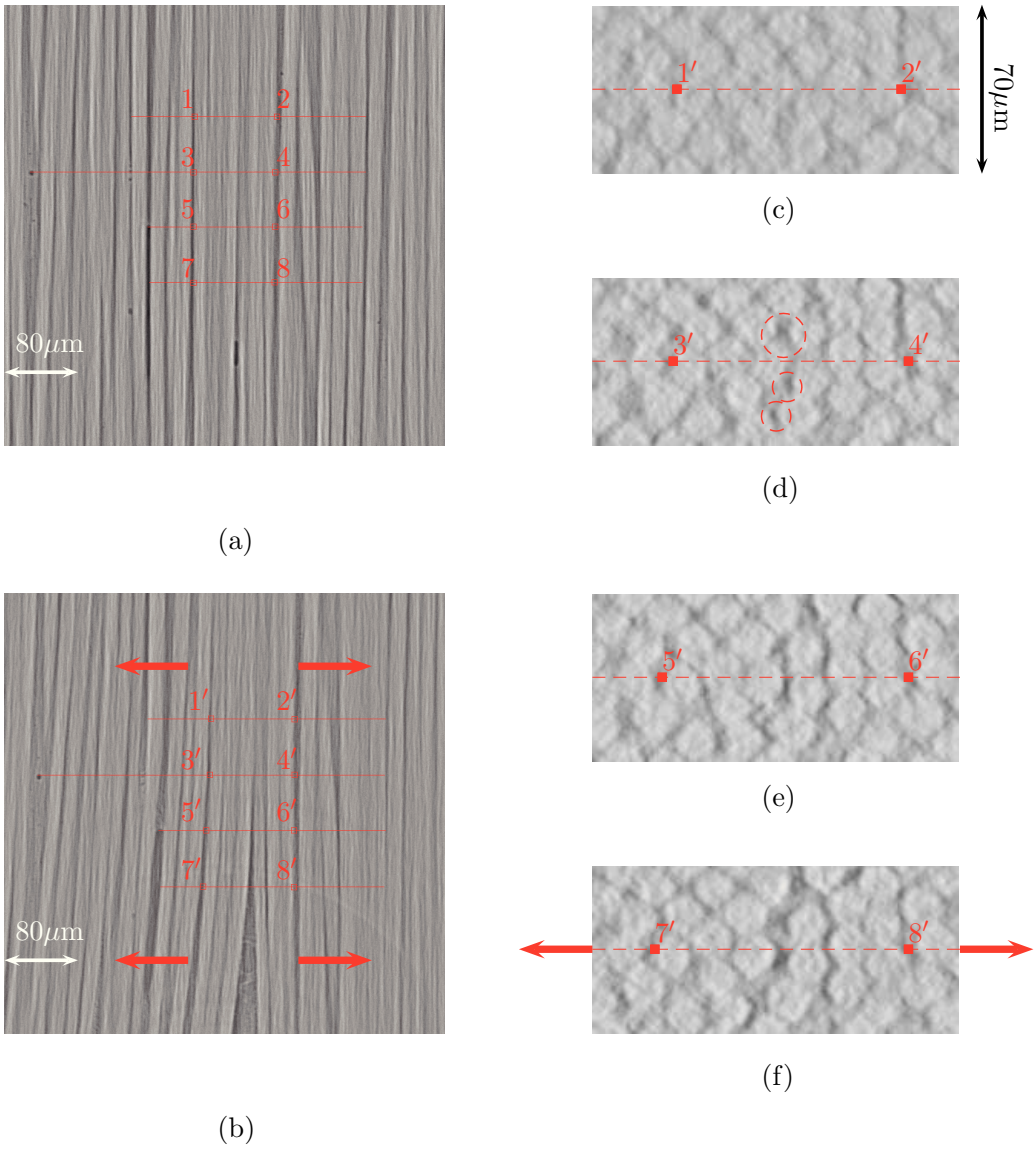


FIG. 4.25: Clichés de laminographie avec entaille dans le sens des fibres. Suivi d'avancée de fissure en fonction du déplacement local appliqué. (a) Composite non endommagé, coupes longitudinale à mi-épaisseur. Huit marqueurs sont identifiés. (b) Composite endommagé, coupe longitudinale à mi-épaisseur. Suivi des huit marqueurs. (c) Coupe transverse $(1' - 2')$. (d) Coupe transverse $(3' - 4')$. (e) Coupe transverse $(5' - 6')$. (f) Coupe transverse $(7' - 8')$.

On retiendra que le **phénomène de fissuration totale d'une cellule de taille** (95×70) $\mu\mathbf{m}^2$ **a lieu aux alentours d'une déformation locale de l'ordre de** 0.04**.**

4.3 Conclusions

L'essai de compression diamétrale induit une biaxialité des contraintes. En effet, cet essai entraîne des efforts de compression mais aussi de traction dans le plan diamétrale médian. Le jonc composite PA6FV ainsi sollicité présente une forte non-linéarité de comportement observable à l'échelle macroscopique. La ruine du jonc s'effectue suivant le plan qui possède les contraintes de traction maximales, contraintes d'ouverture. A l'aide d'observations tomographiques, il a été possible de lier cette non-linéarité avec des phénomènes de propagation de fissures au sein de la microstructure du jonc. Des analyses MEB sur des surfaces d'échantillons testés par compression ont montré qu'il y a une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La technique de laminographie mise en place sur des éprouvettes de type CT a permis de montrer que l'endommagement s'effectue par croissance et coalescence des micro-porosités et des plus petites des macro-porosités. Ainsi, ce sont la croissance et la coalescence des cavités qui permettent l'initiation et la propagation des fissures dans le matériau composite PA6FV. Des mesures locales de la déformation ont été réalisées sur les essais CT. On retiendra que le phénomène de fissuration totale d'une cellule de taille (95×70) $\mu\mathrm{m}^2$ a lieu aux alentours d'une déformation locale de l'ordre de 0.04. Ces données vont alimenter le modèle numérique avec propagation de fissures mis en place dans les chapitres suivants.

Chapitre 5

Comportement de la matrice

Ce chapitre est consacré à la construction d'un modèle permettant de décrire le comportement du PA6. Celui-ci repose sur une base expérimentale fournie. En effet, outre des données du comportement macroscopique du PA6, il s'appuie sur des données expérimentales locales : les distributions de porosité. Ce modèle prend en compte le taux de porosité, relié à la triaxialité des contraintes. L'étude est tout d'abord menée sur le PA6-R, un grade de PA6 précédemment étudié au Centre des Matériaux. Puis, un recalage du modèle de comportement est réalisé sur le PA6 de l'étude en cours. C'est avec ce modèle que la matrice confinée du composite renforcé en fibres de verre sera par la suite modélisée.

Sommaire

5.1 La matrice massive 88
5.1.1 Approche proposée 88
5.1.2 Mécanique des éprouvettes entaillées 88
5.2 Le PA6-R : étalon pour l'élaboration d'une loi de comportement 90
5.2.1 Echelle globale : courbes de contrainte nette / déformation 90
5.2.2 Echelle locale : distributions de porosités 92
5.3 Données expérimentales sur la matrice en PA6 95
5.4 Elaboration d'une loi de comportement 102
5.4.1 Modèle multi-mécanismes 103
5.4.2 Couplage modèles multi-mécanismes et endommagement 107
5.4.3 Identification des paramètres 109
5.4.4 Comparaisons expérimental / numérique sur PA6-R 110
5.5 Recalage des coefficients du modèle pour la matrice PA6 119
5.6 Conclusions 121

5.1 La matrice massive

5.1.1 Approche proposée

Afin d'établir un modèle robuste qui prend en compte les mécanismes de déformation et d'endommagement qui ont lieu à l'échelle locale de la matrice dans le composite, nous avons étudié, en détail, le comportement de la matrice massive. En première lecture, cette démarche se heurte à la pensée de nombreux auteurs qui considèrent un état de matière différent entre la matrice massive et la matrice constitutive d'un matériau composite. Il est pour eux peu probable de réussir à concilier le comportement de la matrice massive avec son comportement confiné par les fibres. Néanmoins, la démarche proposée est précisemment d'étudier les propriétés mécaniques de la matrice massive confinée. Une description fine des propriétés mécaniques de la matrice soumise à des sollicitations triaxiales permet alors l'élaboration de modèles qui peuvent prendre en compte le comportement transverse du jonc composite.

L'étude menée ici s'appuie sur certains résultats expérimentaux des travaux de thèse de Regrain [Regrain, 2007]. Celui-ci a étudié en détail le comportement mécanique en fluage d'une nuance de matériau polymère PA6. Les propriétés mécaniques et physico-chimiques du PA6 de l'étude de Regrain diffèrent légèrement de celles de la présente étude. Néanmoins, on supposera que les mécanismes de déformation et d'endommagement sont identiques entre les deux grades de PA6. On peut alors s'appuyer sur l'abondance des résultats de Regrain pour construire et valider une loi de comportement cohérente. On notera la nuance de PA6 étudiée par Regrain PA6-R afin de la différencier de celle de la présente étude.

De plus, d'autres données expérimentales issues des diverses contributions de Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b] sont exploitées. Ces données expérimentales issues d'analyses fines de clichés 3D de tomographie aux rayons X constituent un pilier pour l'élaboration et la validation de la loi de comportement proposée. Ces données sont reproduites ici sous la forme de courbes de distributions locales de porosités. Ces données sont étroitement liées aux données exploitées et issues des travaux de Regrain.

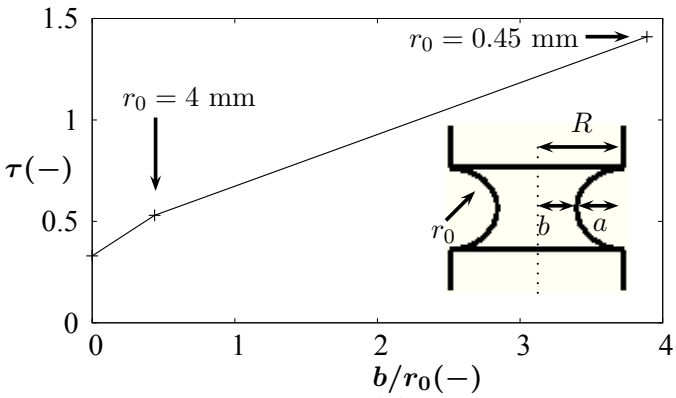
Les résultats expérimentaux obtenus à partir du PA6 de la présente étude serviront alors à réaliser un recalage de la loi.

5.1.2 Mécanique des éprouvettes entaillées

Le confinement se réfère à un enfermement. On parle par exemple, de confinement quand une entité est maintenue dans un espace restreint. Par exemple, lors d'un essai de compression œdométrique sur caoutchouc [Robisson, 2000] [Layouni, 2004], un "pion" de caoutchouc est emprisonné dans un cylindre rigide indéformable. Ainsi, lors de la compression, le pion ne peut se déformer latéralement. Dans le cas d'une traction plane sur un disque en cahoutchouc dont le rapport hauteur sur diamètre du pion est inférieur à $\frac{1}{7}$, pour la partie centrale du pion la déformation latérale est également nulle. Dans les deux cas, il y a alors uniaxialité de déformation au centre du disque mais triaxialité des contraintes. En effet, une contrainte vient enpêcher l'effet tonneau, l'effet Poisson. Les fibres peuvent jouer ce même rôle pour la matrice polymère. Ici le confinement va caractériser la restriction d'espace disponible à la matrice dans le matériau composite. Le confinement très important de la matrice composite a été observé précédemment. De plus, une quantification a été réalisée au travers des calculs des distances intra-fibres et de l'élancement dans le chapitre 3. Ce sont les fibres du composite qui confinent la matrice. Lors de sollicitations appliquées au jonc composite, la matrice confinée ne peut donc pas se déformer librement. En effet, l'extrême proximité des fibres de verre, très rigides, va interdire toutes

déformations transverses de la matrice. Il va en résulter de fortes contraintes multiaxiales dans la matrice. Cette multiaxialité des contraintes qu'on appelera triaxialité des contraintes est moteur des déformations et de l'endommagement qui ont lieu dans la matrice confinée du jonc composite. C'est cet état particulier de matrice sous contraintes triaxiales qui est ici étudié.

(a)



(b)

FIG. 5.1: (a) Eprouvettes cylindriques entaillées. Rayons d'entailles : $r_0 = 4$ mm et 0.45 mm. (b) Taux de contraintes triaxiales τ *vs.* b/r_0, d'après Eq. 5.5, avec $b = 1.75$ mm et $R = 3.6$ mm.

Pour analyser ces phénomènes de confinement dans la matrice, des éprouvettes cylindriques entaillées (essais Notched Tensile NT) sont alors utilisées (Fig. 5.1(a)). En effet, bien que des conditions macroscopiques de traction uniaxiale soient appliquées, cette géométrie d'éprouvette a l'avantage de permettre des sollicitations multiaxiales dans la section minimale de la région de l'entaille. Ce type d'éprouvette a été utilisé à de nombreuses reprises dans la littérature [Laiarinandrasana et al., 2012b].

L'état de contrainte triaxiale dans la région de l'entaille peut être caractérisé, dans un système de coordonnées cylindriques (r,θ,z) où l'axe z coïncide avec la direction de traction, par les équations suivantes [Bridgman, 1944] :

$$\frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{eq}} = \frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_{eq}} = ln\left(1 + \frac{b^2 - r^2}{2br_0}\right) \tag{5.1}$$

$$\frac{\sigma_{zz}}{\sigma_{eq}} = 1 + ln\left(1 + \frac{b^2 - r^2}{2br_0}\right) \tag{5.2}$$

où ln représente le logarithme népérien, $b = 1.75$ mm le rayon de la section minimale, σ_{eq} la contrainte équivalente de Mises, et deux rayons de fond d'entaille étudiés $r_0 = 4$ et 0.45 mm (Fig. 5.1(a)). Les déformations sont supposées homogènes dans la section minimale et peuvent être approchées par ([Bridgman, 1944]) :

$$\varepsilon_{zz} = \varepsilon_{eq} \tag{5.3}$$

$$\varepsilon_{rr} = \varepsilon_{\theta\theta} = -\frac{1}{2}\varepsilon_{zz} \tag{5.4}$$

Des deux équations précédentes Eqs. 5.1– 5.2, on défini le taux de triaxialité des contraintes τ :

$$\tau = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{1}{3} + ln\left(1 + \frac{b^2 - r^2}{2br_0}\right) \tag{5.5}$$

où σ_m représente la contrainte moyenne, c'est la trace du tenseur des contraintes, la pression hydrostatique. Ainsi τ est un indicateur de la triaxialité du tenseur des contraintes, c'est le rapport entre la pression hydrostatique (contrainte équi-triaxiale) et la contrainte équivalente [Laiarinandrasana et al., 2009b], [Boisot et al., 2011].

La figure 5.1(b) représente les valeurs initiales de τ au centre des sections minimales ($r = 0$) pour chacun des deux rayons au fond d'entaille. Pour une éprouvette de traction uniaxiale $r_0 \rightarrow \infty$, τ atteint 0.33. NTr_0 fera référence à une éprouvette de traction entaillée de rayon r_0 en fond d'entaille. Les deux types d'éprouvettes ici étudiées sont NT045 et NT4 de rayon en fond d'entaille respectif de 0.45 et 4 mm comme le montre la figure 5.1(a).

5.2 Le PA6-R : étalon pour l'élaboration d'une loi de comportement

Une partie des travaux proposés ici a été publiée [Cayzac et al., 2013] et repose sur les résultats expérimentaux de thèse de Regrain [Regrain, 2007]. Dans ses travaux de thèse, Regrain étudie le comportement du PA6 soumis à une sollicitation monotone : le fluage. Il est intéressant de se servir des nombreux résultats expérimentaux issus de l'étude de Regrain afin de construire un modèle robuste et une méthodologie pertinente qui permet de comprendre le comportement mécanique du PA6.

Les principales propriétés physico-chimique du PA6-R ont été publiées [Regrain et al., 2009]. Le PA6-R analysé par MDSC (Modulated Differential Scanning Calorimetry) a montré un taux de cristallinité $\chi = 43\%$. Une étude par cryo-fractographie a permis l'observation de surfaces de rupture fragile et revèle la porosité initiale. Une estimation a été réalisée par analyse d'images et montre une porosité initiale d'environ $p_0 = 1\%$.

5.2.1 Echelle globale : courbes de contrainte nette / déformation

Les essais de traction réalisés par Regrain [Regrain, 2007] dans ses travaux de thèse et qui sont exploités ici ont été réalisés à température ambiante ($25°C$) à l'aide d'une machine de traction Instron. Le déplacement traverse appliqué ainsi que la charge axiale résultante sont enregistrés. Les essais ont été réalisés à vitesse de déplacement imposée : 4.9 mm/min et 3.1 mm/min pour NT4 et NT045 respectivement.

Pour chacune des deux géométries d'éprouvettes entaillées, la procédure expérimentale se décompose en deux phases :

- Dans une première phase, les essais de traction sont réalisés jusqu'à la rupture des éprouvettes. Ces essais nous permettent de connaître les allures générales des courbes de chargement par rapport au déplacement appliqué.
- Dans une seconde phase, des essais de traction sont interrompus à des temps caractéristiques identifiés par les données précédentes. Les courbes présentées sur la figure 5.2 correspondent aux données obtenues durant cette seconde phase d'essais. Une fois l'essai interrompu, les éprouvettes sont déchargées puis analysées par tomographie aux rayons X ce qui permet de suivre l'évolution de la microstructure au cours du chargement.

Pour une structure entaillée, on peut définir deux types de contraintes. La contrainte F/S_0 où F est la charge et S_0 la section minimale de l'entaille ($S_0 = \pi b^2$) est appelée contrainte nette "ingénieur". On pourra remarquer que S_0 est identique pour les éprouvettes NT4 et NT045. La contrainte F/S_i avec $S_i = \pi R^2$ la section du fût de l'éprouvette est alors applelée contrainte nominale. Du fait de la géométrie des éprouvettes, la déformation va se localiser au sein de l'entaille, c'est pourquoi nous

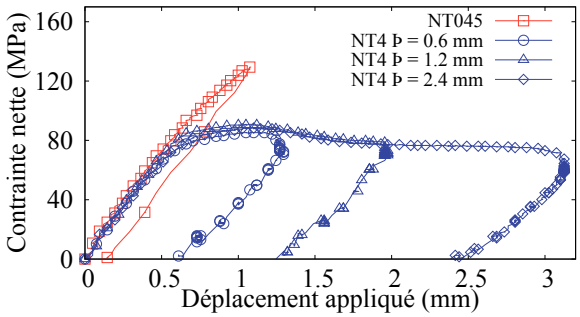


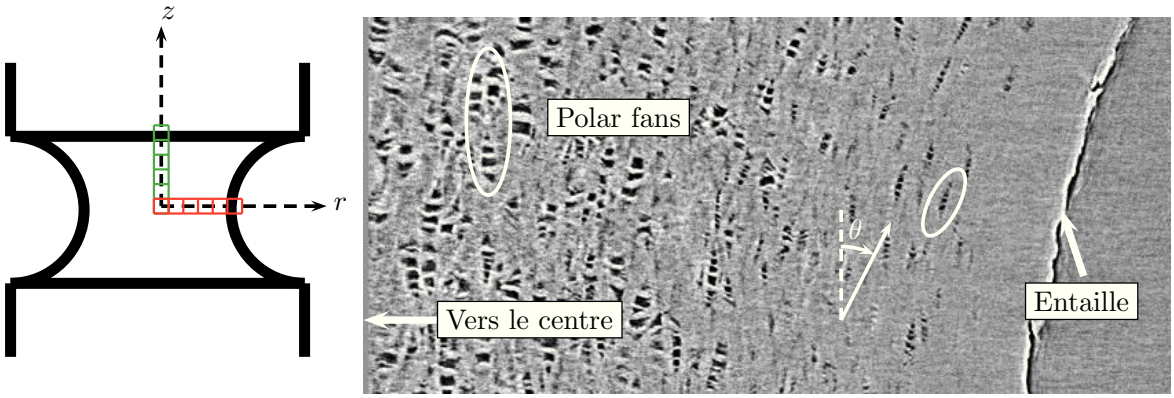
FIG. 5.2: Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais interrompus sur NT4 et NT045. Trois essais interrompus sont présentés pour NT4. Þ est le déplacement résiduel mesuré pour chacune des éprouvettes NT4.

allons ici principalement étudier la contrainte nette. L'ouverture de l'entaille étant dépendante de la valeur initiale du rayon en fond d'entaille, nous avons choisi d'utiliser le déplacement appliqué au lieu de la déformation pour représenter les résultats. Ainsi, la figure 5.2 représente la contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour chacune des éprouvettes NT4 et NT045.

Les courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué sur NT4 peuvent être décomposés en différentes phases caractéristiques comme l'a déjà observé Challier et al. [Challier et al., 2006] et Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2009a]. Dans un premier temps, une croissance continue de la contrainte jusqu'à une valeur seuil peut-être observée. Cette valeur seuil est appelée contrainte nette maximale. Ensuite, une phase de décroissance de la contrainte est observée : c'est une phase d'adoucissement. C'est durant cette phase que les premiers blanchiments apparaissent autour du centre de la section minimale. Le blanchiment des polymères est attribué à la croissance de pores c'est à dire à un changement de volume dans le matériau [Schirrer et al., 1996]. Le phénomène de blanchiment va continuer jusqu'à la rupture de l'éprouvette. On assiste ensuite à l'établissement d'un plateau de contrainte qui se termine enfin, par la ruine de l'éprouvette.

Afin d'obtenir une bonne description de la microstructure en cours de chargement pour NT4, trois essais ont été interrompus à différents temps caractéristiques de l'histoire du chargement. Le premier essai a été interrompu aux environs de la contrainte nette maximale. Une seconde éprouvette a été arrêtée à la fin de l'adoucissement. Enfin un dernier essai a été suspendu juste avant la rupture de l'éprouvette. Ces éprouvettes interrompues sont ensuite déchargées. Pour les différencier, on se réfèrera à leurs déplacements résiduels respectifs Þ valant 0.6 mm, 1.2 mm et 2.4 mm (Fig. 5.2).

Les éprouvettes NT045 montrent une plus haute valeur de contrainte nette maximale. Ce phénomène a déjà été observé par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2009b] sur le PVDF et par Boisot et al. [Boisot et al., 2011] sur le PA11. En effet, la diminution du rayon en fond d'entaille pour la même section nette S_0 conduit a l'augmentation de la contrainte nette maximale. De plus, ces éprouvettes ne présentent pas de phase d'adoucissement de contrainte. En effet, elles cassent de manière fragile juste après le passage du maximal de contrainte nette. En conséquence un essai interrompu juste avant ce maximum a été réalisé. Il est présenté sur la figure 5.2. Après décharge de l'éprouvette, un déplacement résiduel de 0.1 mm a été mesuré. De plus, aucun blanchiment n'a ici été observé en surface de l'échantillon.



(a) (b)

FIG. 5.3: (a) Emplacement des scans de tomographie à mi-épaisseur sur la géométrie des éprouvettes. En rouge pour NT4 et NT045. En vert pour NT4 seulement. (b) Morphologies et orientations de pores dans la section minimale de l'éprouvette NT4 Þ 1.2 mm. Coupe longitudinale (716 μm $\times$ 538 μm). Les *polar fans* sont entourés [Laiarinandrasana et al., 2012a].

Les contraintes nettes et les déplacements appliqués sont des données globales, macroscopiques qui doivent être prises en compte pour établir la loi de comportement.

5.2.2 Echelle locale : distributions de porosités

Après décharge, les échantillons précédents NT4 et NT045 ont été observés par tomographie sur la ligne ID19 de l' European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) à Grenoble [Laiarinandrasana et al., 2012b].

Les éprouvettes ont été scannées à mi-épaisseur sur différents volumes d'intérêts, à espacements régulièrement distribués sur la région de l'entaille comme le montre la figure 5.3(a) :

- A partir du centre de la section nette jusqu'au bord de l'entaille en suivant la direction radiale pour les échantillons NT4 et NT045 ($z = 0$).
- En partant du centre de la zone entaillée jusqu'en haut du rayon de courbure en suivant la direction axiale pour les éprouvettes NT4 ($r = 0$).

Distributions des pores sur NT4

Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b] remarquent deux morphologies distinctes et caractéristiques des porosités pour les éprouvettes NT4 :

- Des porosités en forme de disques (penny shaped) orientées perpendiculairement à la direction de traction dans le cas où NT4 a été interrompu proche de la contrainte nette maximale (Þ = 0.6 mm).
- Dans le cas ou l'essai a été suspendu à la fin de la phase d'adoucissement (Þ = 1.2 mm), les porosités ont une forme de cylindre et / ou de cône. Chacune des porosités est séparée par un fin mur de matière polymère. De plus, les porosités sont alignées suivant la direction de traction comme le montre la figure 5.3. Cette morphologie particulière est identique à celle relevée par Rozanski et al. [Rozanski and Galeski, 2013] et par Pawlak et al. [Pawlak and Galeski, 2008] [Pawlak and Galeski, 2010] sur un Polypropylène semi-crystallin. Ces empilements de porosités en colonne sont appelés "*polar fans*".

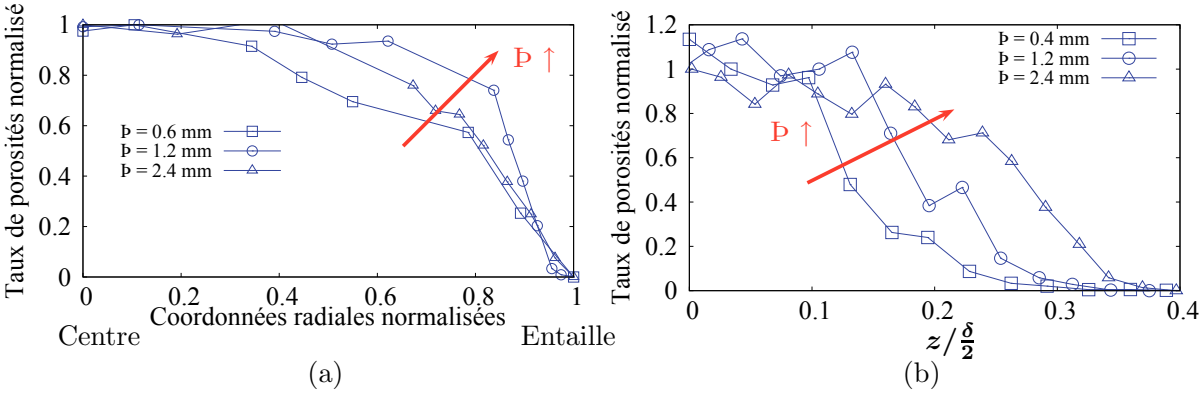


FIG. 5.4: (a) Taux de porosité normalisés des différentes éprouvettes NT4 en fonction des coordonnées radiales normalisées. (b) Taux de porosité normalisés dans la direction axiale z pour les éprouvettes NT4. On se réfère aux différentes éprouvettes NT4 par leurs déplacement résiduel Þ.

La figure 5.3(b) montre de plus que proche du bord d'entaille, les "*polar fans*" ont une orientation spécifique. En effet, proche du centre de l'éprouvette, l'orientation générale des colonnes de pores semble être parallèle à la direction de chargement. A l'inverse, près du bord d'entaille les pores semblent être alignés en suivant le rayon de courbure.

Comme le fait Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b], et à l'aide d'analyse d'images, il est possible de déterminer les distributions radiales du taux de porosités p pour chacunes des éprouvettes NT4 et NT045. Pour s'affranchir des incertitudes de mesures et des biais introduits par la segmentation des volumes, nous nous focalisons sur l'allure des différentes courbes de distribution. Ainsi on peut introduire un taux de porosités normalisé p^N : $p^N = (p - p_{min})/(p_{max} - p_{min})$, où p_{min} et p_{max} sont respectivement les valeurs minimales et maximales de p mesurées par analyse d'images. Le tableau 5.1 présente ces différentes valeurs minimales et maximales de taux de porosité mesurés. On constate pour chacune des éprouvettes analysées que les valeurs minimales des taux de porosité p mesurés sont nulles. En effet, comme le montre la figure 5.3(b) il existe une zone proche du bord de l'entaille où aucune porosité n'est observable. On remarque également pour les éprouvettes NT4 que le taux de porosité maximal augmente naturellement avec Þ.

	NT4 déplacement résiduel Þ						NT045	
	0.6 mm		1.2 mm		2.4 mm			
Porosité (%)	Exp	Num	Exp	Num	Exp	Num	Exp	Num
p_{max}	11	2.2	15	12.9	16	26.5	0.5	6.6
p_{min}	0	1.5	0	3.5	0	9.3	0	2.8

TAB. 5.1: Extrema des taux de porosité mesurés.

La figure 5.4 représente les courbes de distributions des taux de pores liées aux éprouvettes NT4, c'est à dire relatives à un taux de triaxialité des contraintes faible (cf. fig. 5.1(b)). La figure 5.4(a) montre pour chacun des trois cas de chargement (paramétré par le déplacement résiduel Þ), la distribution du taux de porosité p^N en fonction des coordonnées radiales normalisées : $r^N = r/r_s$, où r_s est le rayon de la section minimale mesuré en fond d'entaille sur les éprouvettes déchargées. La même forme parabolique a été remarquée pour chacun des chargements sur les éprouvettes NT4. Le taux de porosité maximal est mesuré au centre de la section minimale de la zone entaillée ($r = 0$). p_N

diminue du centre de la section minimale vers le bord d'entaille où il devient nul. On notera que plus Þ augmente, plus la distribution "s'étale", s'épanche dans la direction radiale.

Les distributions axiales des taux de porosité ont également été étudiées pour chacun des Þ. La figure 5.4(b) représente ces distributions en fonction de $z/(\frac{\delta}{2})$ où z est la coordonnée axiale et $\frac{\delta}{2}$ est le déplacement mesuré d'une demi-ouverture de l'entaille. $z/(\frac{\delta}{2}) = 0$ correspond au centre de la zone entaillée dans la direction axiale de l'éprouvette.

	Déplacement résiduel Þ								
	0.6 mm			1.2 mm			2.4 mm		
Mesure (mm)	Exp	Num	Ecart	Exp	Num	Ecart	Exp	Num	Ecart
r_s	1.69	1.54	8.9%	1.38	1.24	9.8%	1.16	1.04	10.3%
$\delta/2$	3.60	3.75	3.9%	3.90	4.17	5.9%	4.43	4.70	6.1%

TAB. 5.2: Mesures caractéristiques (mm) sur NT4 déformés

Le tableau 5.2 présente les différentes valeurs de r_s et $\frac{\delta}{2}$ mesurées expérimentalement.

Il existe dans la littérature peu de données expérimentales qui concernent les distributions dans la direction axiale pour des éprouvettes cylindriques entaillées. Les travaux de Bridgman [Bridgman, 1944] étendus par ceux de Beremin [Beremin, 1980] montrent les distributions des contraintes et déformations dans la direction axiale pour des éprouvettes NT. Les courbes de distribution ont une allure générale en forme de "S". Les données expérimentales des taux de porosité dans la direction axiale représentées ici possèdent également cette forme générale en "S" ce qui corrobore les théories de Beremin. Ici encore, on remarque un étalement des distributions dans la direction axiale qui augmente avec Þ. Cet épanchement du taux de porosité correspond à l'extension de la zone strictionnée blanchie.

L'orientation des "*polar fans*" observée sur la figure 5.3 a également été quantifiée par analyse d'images. La figure 5.5(a) montre l'orientation normalisée des pores : $\theta^N = (\theta)/(\theta_{max})$ en fonction des coordonnées radiales normalisées pour l'échantillons NT4 avec Þ. La valeur maximale de θ mesurée expérimentalement est $\theta_{max} = 29°$. Cette mesure d'angle ne peut se faire à $z = 0$. En effet, nous avons remarqué que l'orientation des "*polars fans*" orientés parallèlement à l'axe de chargement au centre de la zone entaillée change lorsque l'on se rapproche du rayon du fond d'entaille. L'orientation semble ici suivre la direction de la tangente au rayon de courbure. Ainsi pour $z = 0$, la tangente est dirigée dans la même direction que l'axe de chargement.

Distributions des pores sur NT045

La figure 5.6 montre des volumes reconstruits obtenus pour l'éprouvette NT045. Uniquement des porosités en forme de disques ont pu être observées (hauteur $\ll$ diamètre). Si on compare les deux éprouvettes NT4 et NT045 interrompues juste avant la contrainte nette maximale, on remarque que le diamètre moyen des porosités de NT045 est très supérieur (c'est le double) au diamètre moyen des pores de NT4. On peut alors intuiter que la rupture de NT045 se fait par coalescence radiale des porosités, sans que la déformation axiale n'intervienne.

Pour l'éprouvette NT045, la distribution du taux de porosité p^N en fonction des coordonnées radiales normalisées : $r^N = r/r_s$ est représentée sur la figure 5.5(b). A l'inverse des mesures réalisées sur NT4, le taux de porosité maximal mesuré est localisé entre le centre de l'éprouvette et le bord d'entaille. Il est en fait décalé vers le bord de l'entaille. Cette différence de localisation du maximum

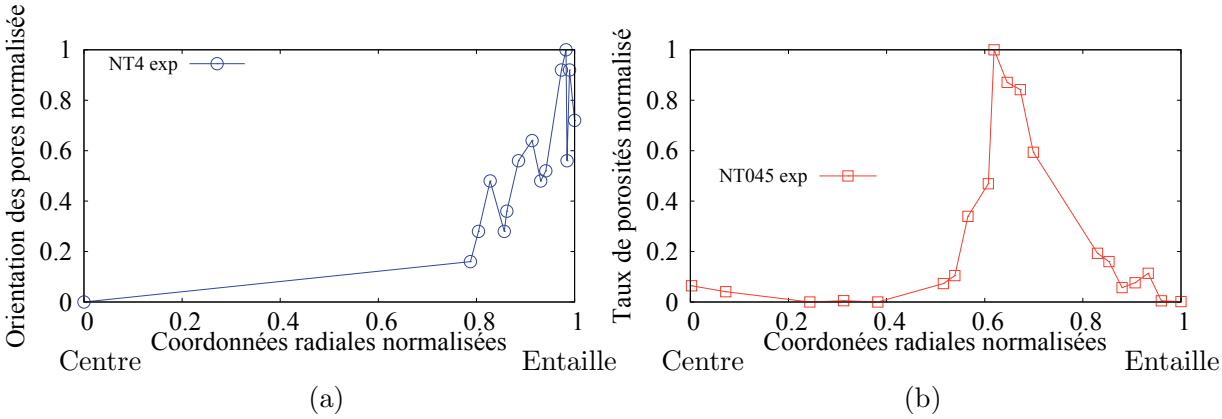


FIG. 5.5: (a) Orientation des porosités mesurée sur l' éprouvette NT4 Þ 1.2 mm dans la section minimale. (b) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour l'éprouvette NT045.

de porosité entre NT4 et NT045 est un facteur déterminant qui doit être pris en compte dans la loi de comportement, car c'est une manifestation de l'effet d'entaille.

5.3 Données expérimentales sur la matrice en PA6

Des essais de traction ont été réalisés sur éprouvettes NT (cylindriques entaillées) du grade de PA6 utilisé comme matrice des matériaux composites. Les éprouvettes n'ont subi aucun traitement (séchage à l'étuve...) particulier avant essais. La conservation des échantillons s'effectue à température et hygrométrie ambiante. Les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales que Regrain [Regrain, 2007] dans ses travaux de thèse. La même machine de traction Instron a été utilisée. Les éprouvettes NT4 ont été testées à la même vitesse de déplacement imposée : 4.9 mm/min que les éprouvettes NT4 de PA6-R. De même, les éprouvettes NT045 ont été testées à une vitesse de déplacement de la traverse de : 3.1 mm/min. Afin d'apprécier les phénomènes de viscosité liés aux matériaux polymères, des échantillons NT4 ont été également testés à une vitesse de déplacement moindre : 0.6 mm/min.

La figure 5.7 montre le dispositif expérimental. Les éprouvettes sont retenues par des mors constitués de demi-coquilles encastrées dans un système d'attache. Un LVDT mesure le déplacement de la traverse (donc le déplacement appliqué aux éprouvettes). Une cellule de charge mesure quand à elle la charge résultante. Une caméra thermique permet d'estimer l'auto-échauffement du polymère. La mesure thermique dépend de l'émissivité du matériau observé. Afin d'obtenir des mesures de température précises, il faut étalonner l'appareil de mesure sur un corps noir rayonnant. Ici l'étalonnage n'est pas effectué. Les mesures de température ne sont donc pas précises. Néanmoins la différence de température est bien mesurée. Ainsi nous avons accès au gradient de température, à la valeur de l'auto-échauffement comme le montre la figure 5.8(d).

Les valeurs moyennes des élévations maximales de la température sont représentées dans le tableau 5.3. On peut remarquer, comme le fait Boisot [Boisot, 2009] dans ses travaux de thèse que l'élévation de température est très localisée dans la région de l'entaille, là où la déformation est la plus forte. On constate que l'élévation de la température est directement liée à la vitesse de sollicitation de l'essai. En effet, l'élévation maximale moyenne de température des éprouvettes NT4 sollicitées à

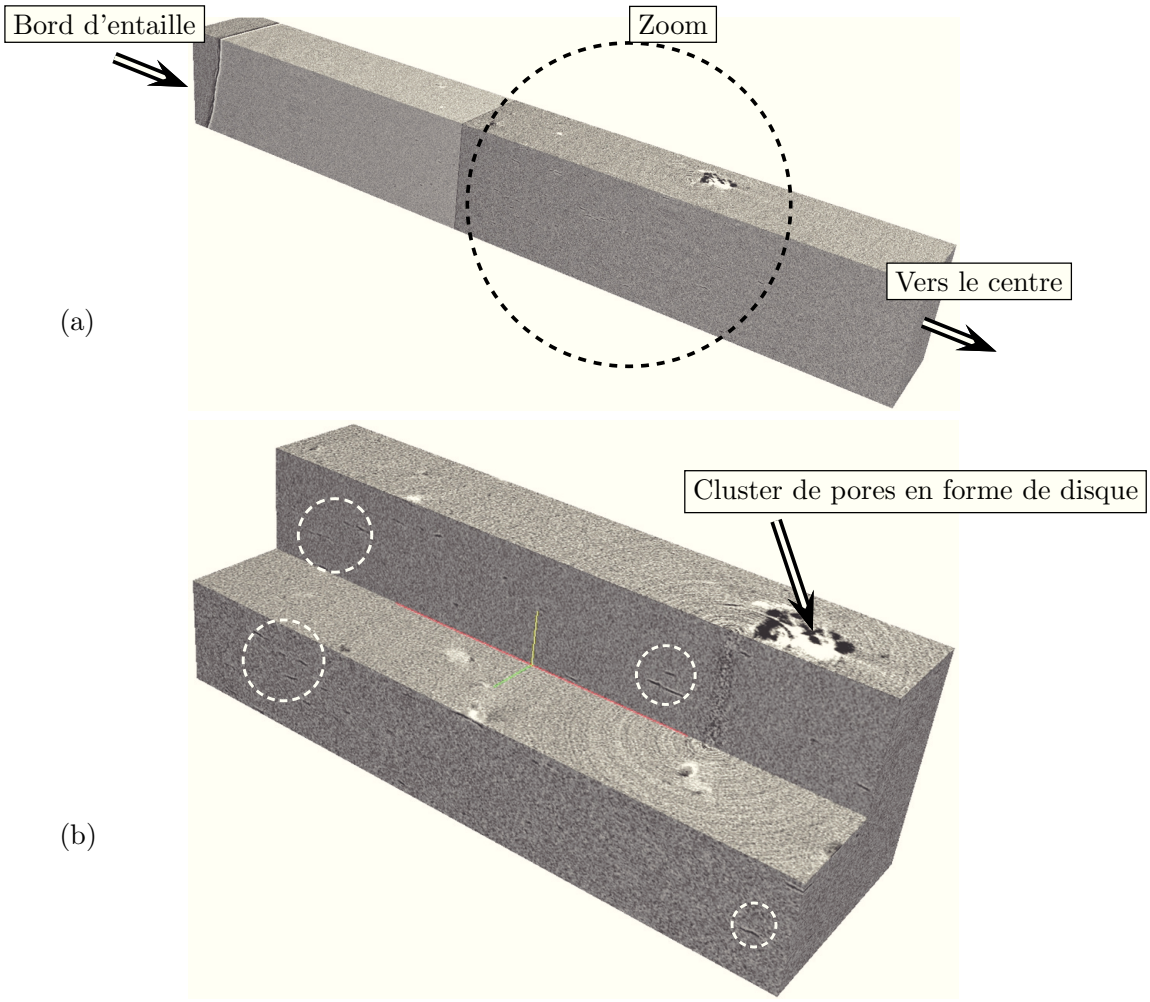
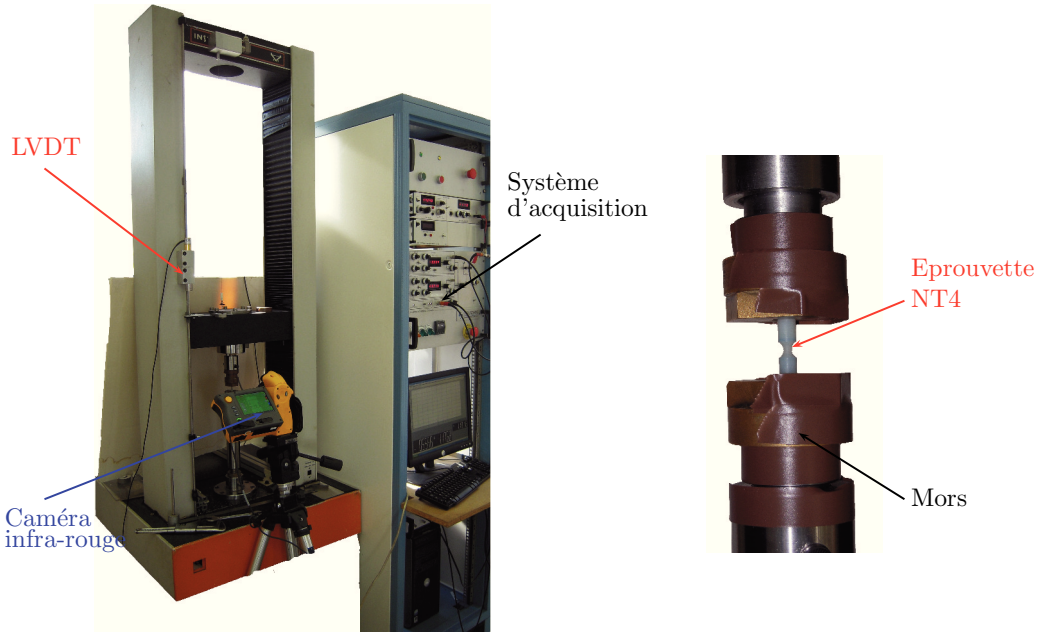


FIG. 5.6: (a) Morphologie des pores au niveau de la section minimale pour NT045. Volume 3D (1260 μm $\times$ 175 μm $\times$ 140 μm). (b) Zoom sur une région d'intérêt. Volume 3D (420 μm $\times$ 140 μm $\times$ 140 μm). Quelques pores sous forme de disque sont encerclés.



(a) (b)

FIG. 5.7: (a) Photo du montage expérimental des essais de traction sur éprouvettes NT. (b) Système d'attache des éprouvettes.

0.6 mm/min est de 10.6 °C tandis quelle est de 18.5 °C pour les éprouvettes sollicitées à 4.9 mm/min. L'élévation maximale moyenne de la température pour les éprouvettes NT045 est de 9.4 °C. Il semble alors que l'élévation de température est étroitement liée à la zone strictionnée. Plus le matériau se strictionne et plus la température augmente. On remarquera que l'on ne mesure ici que l'élévation de température en surface de l'échantillon. Ces résultats sont en accord avec ceux de Boisot [Boisot, 2009].

Eprouvette	Température maximale (°C)	Ecart type (°C)
NT045 : 3.1 mm/min	9.4	2
NT4 : 0.6 mm/min	10.6	4.4
NT4 : 4.9 mm/min	18.5	5.6

TAB. 5.3: Elevations maximales de température mesurées.

La figure 5.8(a) représente les courbes expérimentales des contraintes nettes en fonction des déplacements appliqués pour les différentes éprouvettes NT045 testées. Comme dans le cas du PA6-R la rupture des éprouvettes s'effectue peu après le passage d'un maximum de contrainte nette. La rupture est ici aussi de type fragile. On peut remarquer une légère dispersion expérimentale.

Les figures 5.8(b) et (c) représentent les contraintes nettes en fonctions des déplacements appliqués pour les éprouvettes NT4 avec une vitesse de déplacement imposée de 4.9 mm/min et 0.6 mm/min respectivement.

La figure 5.8(b) montre une belle régularité des courbes. On peut, comme pour les essais réalisés par Regrain [Regrain, 2007] sur le PA6-R, remarquer le passage par une contrainte nette maximale suivi d'un léger adoucissement. Vient ensuite une zone plateau puis une légère reprise de "charge" jusqu'à la rupture des éprouvettes.

La figure 5.8(c) présente une grande dispersion des résultats pour une vitesse de déplacement de 0.6 mm/min. On peut tout de même observer que la contrainte maximale est moins marquée. De

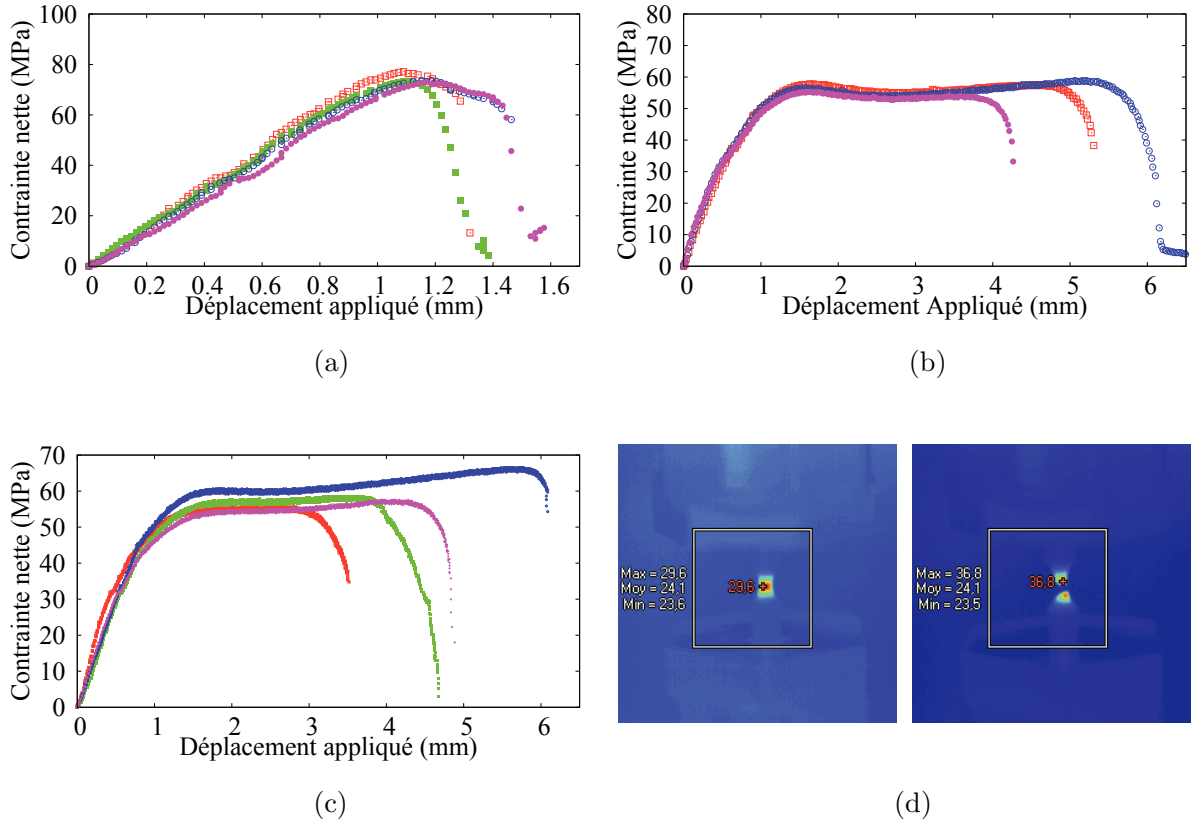


FIG. 5.8: (a) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045. (b) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 4.9 mm/min. (c) Courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 0.6 mm/min. (d) Champs de températures sur un essais de traction de NT4 avant et après rupture.

plus, l'adoucissement a pratiquement disparu. Globalement, à vitesse moindre, les éprouvettes NT4 marquent moins les différentes étapes caractéristiques citées précédemment.

La figure 5.9(a) représente le comportement global du PA6 étudié. Des précédentes courbes, on supprime les extrêmes en termes de dispersion expérimentale pour ne garder que celles présentées sur la figure 5.9(a). Ces courbes expérimentales définissent le comportement mécanique du PA6. Ces courbes seront par la suite comparées avec les simulations numériques. Ces différents essais vont permettre de recaler le modèle élaboré à partir des nombreux résultats expérimentaux du PA6-R nous donnant alors accès à un modèle complet permettant de décrire le comportement particulier de la matrice confinée.

La figure 5.9(b) permet d'évaluer la différence du comportement mécanique macroscopique entre les deux grades de PA6. En effet, cette figure présente les contraintes nettes en fonction des déplacements appliqués pour les éprouvettes NT045 en PA6 et PA6-R sollicitées à 3.1 mm/min ainsi que les éprouvettes NT4 en PA6 et PA6-R sollicitées à 4.9 mm/min. On constate tout d'abord que la pente élastique associée au PA6-R est plus importante que celle du PA6. Globalement, pour un même déplacement appliqué, la contrainte nette sur éprouvettes PA6-R est plus importante que celle sur éprouvettes PA6. Le PA6 quant à lui semble se déformer plus que le PA6-R. En effet, on observe grâce

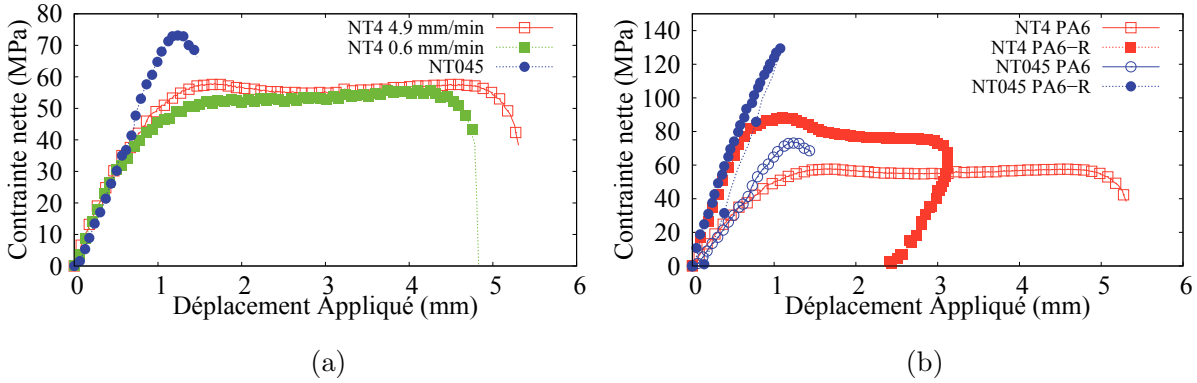


FIG. 5.9: (a) Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais sur PA6 NT4 et NT045. (b) Comparaison entre PA6 et PA6-R pour les essais NT045 et NT4 Þ 1.2 mm.

aux éprouvettes NT4 qu'il est possible d'appliquer au PA6 presque deux fois le déplacement maximal appliqué au PA6-R avant que les éprouvettes ne se rompent.

Nous avons voulu comparer l'endommagement qui se développe dans le PA6 avec celui du PA6-R. Pour ce faire, les éprouvettes NT4 rompues ont été analysées par microscopie MEB. Différentes techniques de préparation des échantillons ont été utilisées : la découpe par microtome et la cryofracture suivies par des observations au MEB.

La découpe par microtome a été réalisée à température ambiante. A l'aide d'un couteau, on vient découper de fines lames de matière. Le couteau est susceptible de laisser des marques sur le polymère, ainsi il faut que l'orientation de la découpe soit différente de l'orientation des caractères microstructuraux que l'on souhaite étudier.

La figure 5.10 présente différentes images MEB d'une lame mince (10 μm) de PA6 issue de la découpe au microtome d'une éprouvette NT4 rompue. Cette lame mince se situe environ au premier tiers de l'épaisseur de l'éprouvette. L'image 5.10(a) montre une vue d'ensemble de la région entaillée de l'éprouvette NT4. La lame mince présente une région blanchie en devant de la zone très strictionnée rompue. Différentes zones d'intêret sont délimitées par des pointillés sur cette image. Deux zones se situent dans la région strictionnée. Une entre la zone blanchie et celle strictionnée. Enfin, une dernière se trouve dans la région blanchie.

L'image 5.10(b) présente la zone de transition entre zone blanchie et strictionnée. On remarque que le polymère est texturé. La partie inférieure de l'image montre que la matrice polymère PA6 présente des frontières polygonales. Ces frontières polygonales ont également été observées par Regrain [Regrain, 2007] sur le PA6-R après attaque chimique. Celles-ci sont associées aux frontières des sphérolites. Dans cette zone, les polygones sont relativement réguliers. Les sphérolites sont alors globalement de forme sphérique. A l'inverse, sur la partie supérieure de l'image 5.10(b) dans le début de la zone strictionnée, on remarque que les frontières des sphérolites s'allongent suivant la direction de la striction tandis qu'elles rétrécissent dans le sens transverse. Les sphérolites sphériques se sont déformés et sont de forme allongés. On dira que les sphérolites ont une forme ellipsoïde "prolate". "Prolate" est issue de l'anglais et s'oppose à "oblate". On qualifiera une ellipsoïde de prolate lorsque deux demi-axes sont de longueur identique très inférieure à celle du troisième demi-axe. A l'inverse une ellipsoïde oblate possède deux demi-axes de longueur équivalente très supérieure à celle du dernier demi-axe. Cette image MEB montre aussi une porosité qui s'est développée suite aux sollicitations mécaniques appliquées. Ainsi, l'observation MEB de lames minces issue de la découpe du microtome

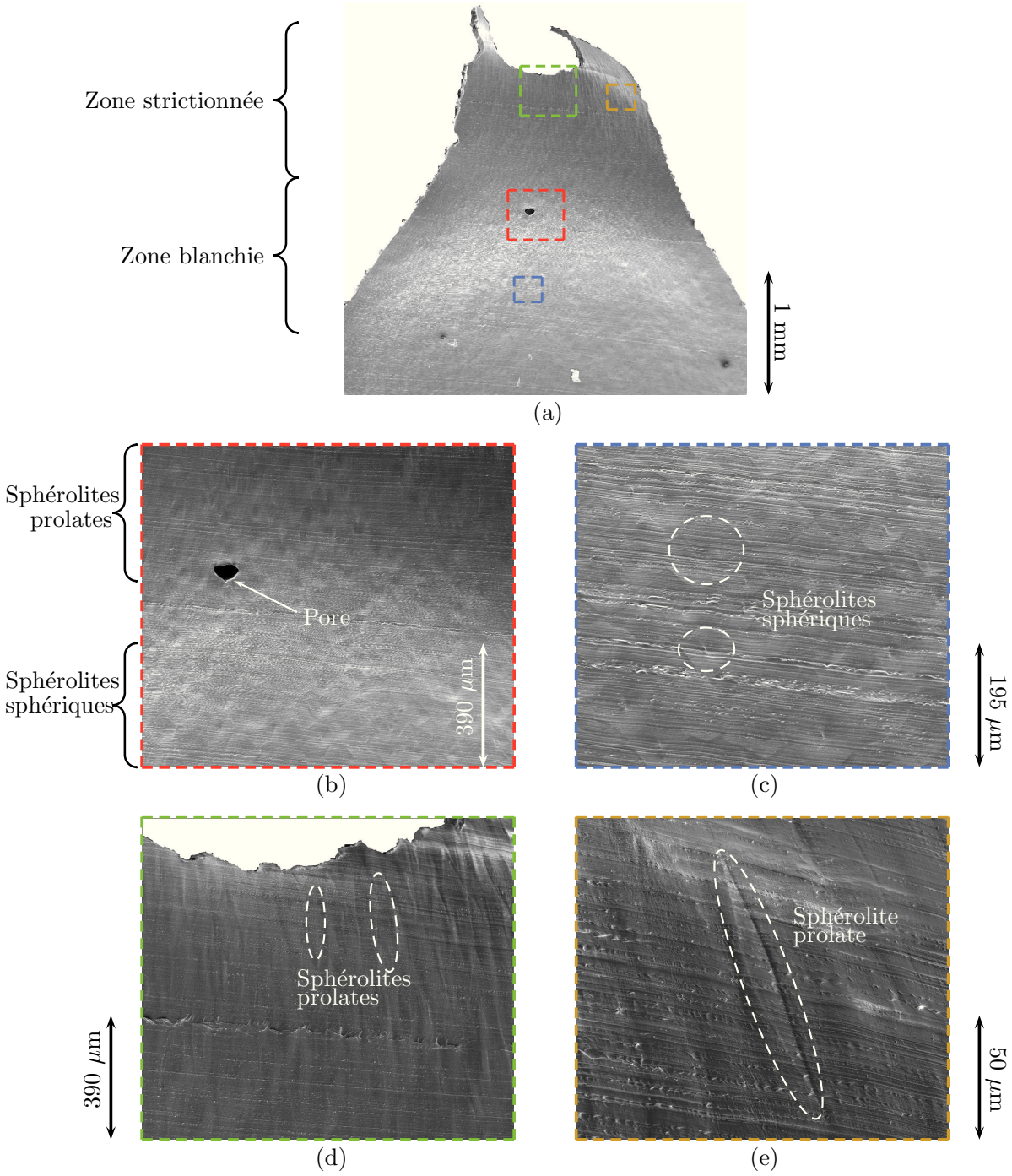


FIG. 5.10: Morphologie des sphérolites dans la zone entaillée d'une éprouvette NT4 de PA6 rompue. (a) Lame mince découpée au microtome puis observée au MEB. Vue d'ensemble. (b), (c), (d) et (e) Agrandissements de zone d'intérêt. (b) Zone de transition. (c) Zone blanchie. (d) et (e) Zones strictionnées.

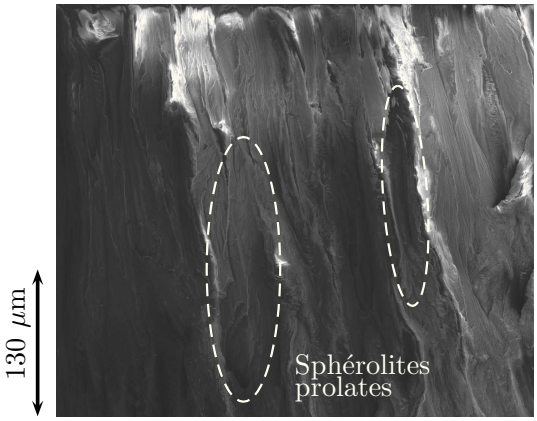


FIG. 5.11: Faciès de rupture par cryofracture de la zone strictionnée d'une éprouvette NT4 en PA6. Observation au MEB.

permet la visualisation des sphérolites dans le PA6.

La figure 5.10(c) est une image MEB réalisée dans la partie inférieure de la zone blanchie. Cette image nous permet de bien observer les limites polygonales des sphérolites peu déformés. On peut par analyse d'image estimer la taille des sphérolites non déformés. Ainsi, le diamètre des sphérolites se situe entre 50 et 80 μm. Le diamètre moyen calculé sur 10 sphérolites est 78.2 ± 23.1 μm. On rappellera que le PA6-R possède quant à lui des shérolites dont le diamètre varie entre 5 et 10 μm [Regrain, 2007].

Les figures 5.10(d) et (e) sont des images MEB de la zone strictionnée proche du faciès de rupture de l'éprouvette NT4. Ces images montrent que les sphérolites sont très allongés, déformés. Il a été possible d'estimer la longueur et la largeur d'une dizaine de sphérolites de forme "prolates". Ainsi, les sphérolites mesurés ont une dimension comprise entre 109.4 et 168 μm dans le sens de la direction de traction, et une dimension dans le sens transverse (radial) comprise entre 16.6 et 32.4 μm. Les sphérolites déformés ont donc une longueur moyenne de 133.8 ± 20.4 μm et une largeur moyenne de 27.8 ± 6 μm. On peut alors avoir une estimation des déformations nominales longitudinale et transverses moyennes ϵ^l_{sph} et ϵ^t_{sph} des sphérolites : $\epsilon^l_{sph} = 0.71$ et $\epsilon^t_{sph} = -0.64$. C'est une déformation longitudinale et radiale importante des sphérolites. On pourra remarquer que ces taux de déformation des sphérolites sont très similaires aux taux de déformation des cavités du PA6-R [Laiarinandrasana, 2014]. En effet, on estime que la déformation axiale des cavités pour NT4 avec $Þ = 2.4$ mm est comprise entre 0.5 et 0.9. Tandis que la déformation radiale des cavités est de l'ordre de 0.3. On peut alors supposer qu'une grande partie de la déformation du sphérolite est liée à la variation volumique issue de la croissance des cavités.

Le sphérolite présenté sur l'image 5.10(e) est désorienté par rapport à la direction de sollicitation. On remarque que l'image, prise loin de la mi-largeur de la zone entaillée de l'éprouvette, se situe donc assez proche d'un des bords de l'entaille. Ainsi, le sphérolite déformé semble suivre la direction tangente au rayon de courbure du bord de l'entaille. On rappellera que le même phénomène a été observé lors de l'étude de l'orientation des cavités sur éprouvette NT4 du PA6-R.

La découpe au microtome suivie d'une observation MEB permet l'observation des sphérolites du PA6. On peut alors mesurer les déformations de ces derniers. Mises à part quelques grosses cavités, peu d'endommagement est observable.

La seconde technique utilisée est la cryofractographie. Celle-ci consiste à faire propager une fissure fragile dans le matériau polymère qui a préalablement été gelé dans l'azote liquide. La fissure se propage alors dans la microstructure figée. Le faciès de rupture est ensuite observé à l'aide d'une analyse

MEB. La figure 5.11 est une image MEB du faciès de rupture de la zone strictionnée d'une éprouvette NT4 en PA6 rompus suite aux sollicitations mécaniques imposées. Le faciès de rupture présente des empreintes de sphérolites qui ont précédemment été observés. En effet, des creux en forme d'ellipsoïde prolate sont observables. Ils ont de plus l'ordre de grandeur de ceux observés par microtome / MEB. Ainsi la fissure fragile s'est probablement propagée suivant la phase amorphe libre située entre les sphérolites. Les sphérolites ont ainsi été observés à l'aide de deux techniques différentes. Ils sont très déformés proche de la zone rompue.

La figure 5.10(b) présente une porosité qui est probablement issue des mécanismes de croissance de cavités évoqués précédemment. On constate alors que la porosité est de l'ordre de grandeur d'un sphérolite. Deux autres porosités identiques à celle-ci ont pu être observés à mi-épaisseur de l'échantillon, dont une débouchante sur le faciès de rupture de l'éprouvette NT4. Ces porosités sont probablement issue d'une coalescence des "polar fans" observables en tomographie.

Aucune de ces deux techniques n'a permi d'identifier les porosités "polar fans" pourtant facilement observables par tomographie aux rayons X. Différentes hypothèses peuvent expliquer pourquoi :

- Tout d'abord, la tomographie aux rayons X caractérise une densité de matière. Ainsi, les "polar fans" observés peuvent être constitué de zones de matière polymère moins denses. Ces zones peuvent par exemple être le cas d'une zone formée de fibrilles de polymères. Ces fibrilles peuvent être issues d'un désenchevêtrement des lamelles cristallines.
- La découpe au microtome tout comme la cryofractographie sont à l'inverse de la tomographie des techniques destructives. Ainsi, la découpe est un processus qui peut être traumatisant pour la matière. Un effet de beurrage de la matière peut avoir lieu ce qui peut boucher les interstices, les pores entre les fibrilles. De même que la cryofracture peut complètement rompre celles-ci.
- Enfin, l'observation au MEB nécessite la métallisation des surfaces pour assurer la conduction des électrons. Aussi, ce dépôt métallique de quelques nanomètres peut contribuer au rebouchage des interstices entre les fibrilles.

Notons que pour faire "déboucher" les trous cachés par la procédure de coupe, certains auteurs procèdent à une attaque chimique de la surface [**?**].

En conclusion, les différentes techniques d'observation MEB et tomographie sont parfaitement complémentaires. D'un côté, la tomographie non destructive permet de mesurer des différences de densité et révèle la croissance et la coalescence de microcavités dans le matériau semi-cristallin. La structure "polar fans" caractéristique de l'endommagement semble provenir d'un désenchevêtrement des lamelles cristallines des sphérolites. Néanmoins cette technique d'analyse ne permet pas l'observation de la structure du matériau polymère. A cette résolution (0.7 μm/pix), la tomographie ne peut différencier phases amorphe et cristalline. De l'autre côté l'analyse MEB permet d'observer les sphérolites du matériau polymère. La déformation de ceux-ci proche de la zone rompue est importante. Il est alors peu probable que face à de tels niveaux de déformation, les structures cristallines lamellaires du sphérolite ne se désenchevêtrent pas. Ainsi des zones à densité moindre se forment créant les cavités observables en tomographie.

5.4 Elaboration d'une loi de comportement

Le modèle proposé ici est l'héritier d'une longue lignée de modèles pour matériaux polymères développés au Centre des Matériaux. M. Lafarge [Lafarge, 2006] est la première à coupler une loi de comportement élasto-visco-plastique avec rhéodurcissement à un modèle d'endommagement par croissance de cavité de type Gurson [Gurson, 1977] afin de modéliser les mécanismes de déformation et d'endommagement qui ont lieu lors d'une traction sur éprouvettes entaillées d'un polymère chargé : le

PVDF. Une approche similaire est ensuite développée par G. Boisot [Boisot, 2009] [Boisot et al., 2011] sur le PA11. Les modèles de type multi-mécanismes qui permettent de prendre en compte l'apport de chacune des phases amorphe et crystalline du semi-crystallin aux mécanismes de déformation et d'endommagement ont été introduit par C. Regrain [Regrain, 2007], [Regrain et al., 2009]. Celui-ci comme indiqué précédemment s'intéresse au comportement en fluage du PA6-R. Le comportement endommageable du PA6-R en fluage est modélisé avec succès par Saï et al. [Saï et al., 2011]. Tout ces modèles reposent sur des observations expérimentales qui montrent que les matériaux étudiés subissent un changement irréversible de volume. C'est, par exemple, le cas du PA6-R. En effet les clichés tomographiques montrent clairement un changement de volume, une croissance des cavités. Certains auteurs parlent de dilatation plastique [Ognedal et al., 2014b] [Ognedal et al., 2014a]. Le polymère se déforme d'une façon particulière, par une augmentation de volume irréversible. C'est cette dilatation plastique que l'on appelle ici endommagement. Le modèle proposé est dans la suite de ces travaux et notamment de ceux réalisés par Regrain [Regrain et al., 2009] et Saï et al. [Saï et al., 2011]. Leur modèle utilise 18 paramètres afin de prendre en compte les mécanismes de déformation et d'endommagement pour des chargements multiaxiaux en fluage. Le but du modèle de la présente étude est multiple :

- Réduire sensiblement le nombre de paramètres matériau permettant la description du comportement mécanique.
- Prédire quantitativement l'endommagement observé sur essais de traction interrompus.
- Pouvoir évaluer le comportement mécanique de la matrice confinée par les fibres.

5.4.1 Modèle multi-mécanismes

Nous allons dans cette partie détailler les éléments qui font partie de la loi de comportement.

Formulation en grandes déformations

Comme le montrent les résultats expérimentaux, les matériaux polymères se déforment beaucoup. Afin de modéliser correctement ces déformations, on utilise la formulation lagrangienne réactualisée. Le comportement du matériau est basé sur la transformation de Green-Naghdi du problème contraintes-déformations en "matériau équivalent de référence". Ce type de formulation peut-être appliqué à des matériaux qui possèdent des variables internes tensorielles sans en modifier les lois d'évolution locales [Ladeveze, 1999]. Le modèle est décrit par les équations suivantes :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{L}} = \underset{\sim}{\dot{\boldsymbol{F}}}\underset{\sim}{\boldsymbol{F}}^{-1} \qquad \underset{\sim}{\boldsymbol{D}} = \frac{1}{2}\left(\underset{\sim}{\boldsymbol{L}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{L}}^T\right) \qquad \underset{\sim}{\boldsymbol{\Omega}} = \frac{1}{2}\left(\underset{\sim}{\boldsymbol{L}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{L}}^T\right) \tag{5.6}$$

où $\underset{\sim}{\boldsymbol{F}}$ est le gradient de déformation, $\underset{\sim}{\boldsymbol{L}}$ le tenseur gradient des vitesses, $\underset{\sim}{\boldsymbol{D}}$ le tenseur taux de déformation et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\Omega}}$ le tenseur taux de rotation. Le tenseur taux de déformation est transformé dans un référentiel local :

$$\underset{\sim}{\dot{\boldsymbol{e}}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{R}}^T \underset{\sim}{\boldsymbol{D}} \underset{\sim}{\boldsymbol{R}} \tag{5.7}$$

où le tenseur des rotation $\underset{\sim}{\boldsymbol{R}}$ est déterminé par décomposition polaire du tenseur de gradient de déformation : $\underset{\sim}{\boldsymbol{F}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{R}}\underset{\sim}{\boldsymbol{U}}$. $\underset{\sim}{\boldsymbol{R}}$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{U}}$ décrivent respectivement un tenseur de rotation propre et un tenseur de déformation pure.

Le tenseur des déformations se décompose en une partie élastique et une partie inélastique. Grâce à la formulation lagrangienne réactualisée, les lois de comportement peuvent être exprimées de la même façon qu'en hypothèse des petites déformations. Le calcul des contraintes s'effectue par le tenseur de Cauchy $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ obtenu par le tenseur conjugué $\underset{\sim}{\boldsymbol{S}}$ calculé lors de l'intégration de la loi de comportement :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = det^{-1}\left(\underset{\sim}{\boldsymbol{F}}\right) \underset{\sim}{\boldsymbol{R}}\underset{\sim}{\boldsymbol{S}}\underset{\sim}{\boldsymbol{R}}^T \tag{5.8}$$

Expression de la loi de comportement

Sous l'hypothèse des petites déformations, la déformation totale peut se décomposer en une partie élastique et une partie inélastique.

$$\underset{\sim}{\varepsilon} = \underset{\sim}{\varepsilon}^{el} + \underset{\sim}{\varepsilon}^{in} \tag{5.9}$$

La déformation élastique $\underset{\sim}{\varepsilon}^{el}$ est calculée par la loi de Hooke généralisée : $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\Lambda} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\boldsymbol{el}}$ où $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy aussi appelé contraintes macroscopiques issues de l'intégration de la loi de comportement du matériau et $\underset{\approx}{\Lambda}$ le tenseur de quatrième ordre des modules élastiques.

Afin de clarifier la lecture, les indices "a" et "c" vont se référer respectivement à la phase amorphe et cristalline.

Loi de localisation des contraintes Dans les modèles de type multi-mécanismes, chaque mécanisme I est associé à un tenseur local des contraintes $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^I$ calculé à partir d'une loi de concentration des contraintes. Différentes lois de localisation peuvent être utilisées pour obtenir les contraintes et déformations locales.

- L'approche thermodynamique des modèles multi-mécanismes a d'abord été proposée par Cailletaud et al. [Cailletaud and Saï, 1995]. Dans ces travaux, le modèle est issu de l'étude de l'énergie libre $\rho\Psi$, qui défini les contraintes et les variables d'écrouissages à partir des déformations élastiques et des variables internes. La déformation inélastique $\underset{\sim}{\varepsilon}^{in}$ se décompose alors en deux partie $\underset{\sim}{\varepsilon}^1$, $\underset{\sim}{\varepsilon}^2$:

$$\underset{\sim}{\varepsilon}_{in} = A_1\underset{\sim}{\varepsilon}^1 + A_2\underset{\sim}{\varepsilon}^2 \tag{5.10}$$

  où A_1 et A_2 peuvent être des tenseurs d'ordre quatre ou des scalaires. Du point de vue de la thermodynamique, l'équation (5.10) conduit à l'écriture des contraintes locales sous la forme :

$$\begin{cases} \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^1 = -\rho\dfrac{\partial\Psi}{\partial\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^1} = A_1\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} \\ \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^2 = -\rho\dfrac{\partial\Psi}{\partial\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^2} = A_2\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} \end{cases} \tag{5.11}$$

- Si l'on applique ce principe aux polymères semi-cristallins, afin de prendre en compte la contribution de chacune des phases (amorphe et cristalline) en fonction du degré de cristallinité χ, la déformation inélastique irréversible se décompose alors entre les deux phases :

$$\underset{\sim}{\varepsilon}_{vi} = (1-\chi)\underset{\sim}{\varepsilon}^a + \chi\underset{\sim}{\varepsilon}^c \tag{5.12}$$

  Du point de vue de la thermodynamique, les contraintes locales $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c$ liées à chacune des phases peuvent alors s'écrire :

$$\begin{cases} \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a = (1-\chi)\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c = \chi\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} \end{cases} \tag{5.13}$$

  Cette loi de localisation a déjà été utilisée par [Gautier and Cailletaud, 2004] pour décrire la déformation induite par la transformation martensitique dans un acier inoxydable austenitique. L'hypothèse qui consiste à supposer que la contrainte macroscopique se distribue sur chacune des phases en fonction du taux de cristallinité ne décrit néanmoins pas correctement des interactions physiques entre les phases.
- La théorie de la plasticité cristalline conduit à d'autres types de loi de localisation. Les travaux les plus connus sont ceux de Hill [Hill, 1965]. Berveiller et al. [Berveiller and Zaoui, 1979] proposent quand à eux une autre loi de localisation :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A\left(\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}^p - \underset{\sim}{\varepsilon}^g\right) \quad \text{avec} \quad \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}^p = \overline{\varepsilon^g} \tag{5.14}$$

où A est fonction du module de cisaillement μ, de la contrainte équivalente Σ et de la partie plastique des déformation totales E^p pour des essais de traction uniaxiale. $\overline{\varepsilon^g}$ est le volume lié aux déformations plastiques.

Cailletaud et al. [Cailletaud and Pilvin, 1994] modifièrent cette loi pour aboutir au modèle à la loi de localisation β dans lequel la déformation locale est remplacée par une variable phénoménologique $\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g$. Cette nouvelle variable permet de correctement prendre en compte l'accommodation plastique provenant du formalisme des modèles auto-cohérents.

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A\,(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g) \quad \text{avec} \quad \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} = \overline{\varepsilon^g} \tag{5.15}$$

Ces deux précédents modèles peuvent être appliqués dans le cas d'une formulation multi-mécanismes permettant de décrire le comportement mécanique des polymères semi-cristallins. Dans le premier cas, la loi de localisation (équation (5.14)) devient alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A(\underset{\sim}{\varepsilon}_{vi} - \underset{\sim}{\varepsilon}^a) \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A(\underset{\sim}{\varepsilon}_{vi} - \underset{\sim}{\varepsilon}^c) \end{array} \right. \quad \text{avec} \quad \underset{\sim}{\varepsilon}_{vi} = (1-\chi)\underset{\sim}{\varepsilon}^a + \chi\underset{\sim}{\varepsilon}^c \tag{5.16}$$

Pour la loi "β", l'équation (5.15), écrite pour chacune des phases devient alors :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A\,(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g) \quad \text{avec} \quad \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} = \overline{\beta^g} \tag{5.17}$$

Celle-ci a été utilisé pour le cas des polymères semi-cristallins par Regrain et al. [Regrain et al., 2009]. On a alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A\,(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^a) \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + A\,(\underset{\sim}{\tilde{\boldsymbol{\beta}}} - \underset{\sim}{\tilde{\boldsymbol{\beta}}}^c) \end{array} \right. \quad \text{avec} \quad \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} = (1-\chi)\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^a + \chi\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^c \tag{5.18}$$

L'idée principale derrière ces lois de localisation repose sur le fait que les phases peuvent être plus ou moins molles. En effet, la phase amorphe est considérée comme plus molle que la phase crystalline et peut alors subir une déformation viscoplastique $\underset{\sim}{\varepsilon}^a$ plus grande que la déformation moyenne $\underset{\sim}{\varepsilon}_{vi}$. Ainsi, le niveau de contrainte $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a$ "ressenti" par la phase amorphe peut être moins prononcé que celui des contraintes macroscopiques $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$. A l'inverse, la phase cristalline est considérée comme plus dure, et peut subir une contrainte plus importante.

Afin de réduire le nombre de coefficients, et en faisant l'hypothèse que la matrice confinée par les fibres possède de fortes contraintes triaxiales, nous faisons l'hypothèse que la contrainte macroscopique $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ est égale à la contrainte dans chacune des phases :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c \tag{5.19}$$

Cette hypothèse de contraintes uniformes a déjà été utilisée pour établir une loi de comportement d'un modèle micro-mécanique pour modéliser le comportement d'un Polyéthylène haute densité par Nikolov et al. [Nikolov and Doghri, 2000].

Variables d'écrouissages L'élaboration d'une loi de comportement est en général basée sur l'établissement d'une fonction de charge, d'une loi d'écoulement et d'un potentiel d'écrouissage. Dans le modèle proposé, chacune des phases possède ces éléments.

La partie inélastique de l'énergie libre peut s'exprimer en fonction des variables internes $\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^a$, $\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^c$, r^a et r^c. Les relations entre variables internes et forces thermodynamiques associées sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underset{\sim}{\boldsymbol{X}}^a = \rho\dfrac{\partial\Psi_{in}}{\partial\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^a} \\ \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{X}}^c = \rho\dfrac{\partial\Psi_{in}}{\partial\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^c} \end{array} \right. \quad \text{et} \quad \left\{ \begin{array}{l} R^a = \rho\dfrac{\partial\Psi_{in}}{\partial r^a} \\ \\ R^c = \rho\dfrac{\partial\Psi_{in}}{\partial r^c} \end{array} \right. \tag{5.20}$$

L' écrouissage cinématique des phases amorphe et cristalline s'exprime au travers de deux variables d'état $\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^a$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^c$. Pareillement, l'écrouissage isotrope de chacune des phases est décrit par r^a et r^c respectivement. Trois types de couplage peuvent être introduits entre les variables d'écrouissage : cinématique-cinématique, isotrope-isotrope et isotrope-cinématique. Lorsqu'un couplage isotrope-cinématique seul est introduit, on obtient :

$$\begin{pmatrix} \underset{\sim}{\boldsymbol{X}}^a \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{X}}^c \end{pmatrix} = \frac{2}{3} \begin{pmatrix} C_{aa} & C_{ac} \\ C_{ac} & C_{cc} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^a \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}^c \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad C_{aa}, C_{ac} \quad \text{et} \quad C_{cc} \quad \text{modules d'écrouissage.} \tag{5.21}$$

Les variables d'écrouissages isotropes s'écrivent :

$$\begin{cases} R^a = b_a Q_a r^a \\ R^c = b_c Q_c r^c \end{cases} \tag{5.22}$$

où Q_a, b_a sont les paramètres de l'écrouissage isotrope de la phase amorphe et Q_c, b_c sont ceux de la phase cristalline.

Le modèle proposé ici diffère de celui proposé par Saï et al. [Saï et al., 2011]. En effet, l'écrouissage cinématique n'a pas ici été pris en compte. Cet écrouissage est destiné à décrire le comportement du matériaux face à des sollicitations cycliques. Etant donné que nous nous intéressons uniquement à des sollicitations monotones croissantes sur le PA6, les fonctions de charge associées à chacune des phases s'écrivent :

$$\begin{cases} f^a = J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a) - R^a - R_0^a \\ f^c = J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c) - R^c - R_0^c \end{cases} \tag{5.23}$$

Les coefficients matériaux R_0^a et R_0^c caractérisent la forme initiale des deux domaines élastiques, tandis que les variables d'écrouissages R^a et R^c décrivent le changement de forme des domaines élastiques sur chacunes des fonctions de charge. Chacune de ces variables est associée à une variable interne r^a et r^c :

$$R^a = b_a Q_a r^a \quad R^c = b_c Q_c r^c \tag{5.24}$$

Q_a, b_a, Q_c et b_c sont les paramètres matériau liés à l'écrouissage isotrope de chacune des phases amorphe et cristalline.

Equations d'évolutions Les tenseurs de contraintes locales ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c$) sont liés aux deux fonctions de charge f^a et f^c qui définissent le domaine élastique des phases amorphe et cristalline. L'expression des fonctions de charge permettent également de définir les lois d'écoulement. Le modèle associe fonctions de charge et lois d'écoulement :

$$\begin{cases} f^a = g^a = J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a) - R^a - R_0^a \\ f^c = g^c = J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c) - R^c - R_0^c \end{cases} \tag{5.25}$$

Afin de décrire les lois d'évolution des écrouissages isotropes, on introduit deux fonctions h^a et h^c :

$$\begin{cases} h^a = f^a + \dfrac{1}{2Q_a} R^a : R^a \\ h^c = f^c + \dfrac{1}{2Q_c} R^c : R^c \end{cases} \tag{5.26}$$

Ainsi on peut en déduire les lois d'évolution des déformations inélastiques, et celles des variables d'écrouissage isotrope. Ces lois d'évolution suivent les lois de normalité. Pour ces dernières, les lois d'évolution sont non-linéaires :

$$\begin{cases} \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^a = \dot{\lambda}^a \dfrac{\partial g^a}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a} = \dot{\lambda}^a \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^a \\ \\ \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^c = \dot{\lambda}^c \dfrac{\partial g^c}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c} = \dot{\lambda}^c \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^c \end{cases} \qquad \begin{cases} \dot{r}^a = \dot{\lambda}^a \dfrac{\partial h^a}{\partial R^a} = \dot{\lambda}^a (1 - \dfrac{R^a}{Q_a}) \\ \\ \dot{r}^c = \dot{\lambda}^c \dfrac{\partial h^c}{\partial R^c} = \dot{\lambda}^c (1 - \dfrac{R^c}{Q_c}) \end{cases} \tag{5.27}$$

On peut alors définir les vitesses de déformation inélastique ainsi que les variables internes d'écrouissage isotrope pour chacun des mécanismes :

$$\begin{cases} \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^a = \dot{\lambda}^a \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^a \\ \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^c = \dot{\lambda}^c \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^c \end{cases} \quad \begin{cases} \dot{r}^a = \dot{\lambda}^a (1 - b_a r^a) \\ \dot{r}^c = \dot{\lambda}^c (1 - b_c r^c) \end{cases} \tag{5.28}$$

$\dot{\lambda}^a$ et $\dot{\lambda}^c$ sont deux multiplicateurs viscoplastiques et constituent les forces moteurs des lois d'évolution. On peut les écrire à l'aide de fonctions puissances de f^a et f^c :

$$\begin{cases} \dot{\lambda}^a = \left\langle \dfrac{f^a}{K_a} \right\rangle^{n_a} \\ \dot{\lambda}^c = \left\langle \dfrac{f^c}{K_c} \right\rangle^{n_c} \end{cases} \tag{5.29}$$

Les crochets $\langle\rangle$ définissent les parties positives : $\langle x \rangle = 0$ si $x < 0$ et x sinon. K_a, n_a et K_c, n_c sont les paramètres viscoplastiques liés à la viscosité des phases amorphe et cristalline respectivement. La forme intégrée des équations d'écrouissage isotrope s'écrit :

$$\begin{cases} R^a = Q_a(1 - exp^{(-b_a \lambda^a)}) \\ R^c = Q_c(1 - exp^{(-b_c \lambda^c)}) \end{cases} \tag{5.30}$$

5.4.2 Couplage modèles multi-mécanismes et endommagement

Comme le montrent les résultats expérimentaux, l'endommagement du polymère est issu de croissance et coalescence des porosités initialement présentes dans le matériau. Afin de prendre en compte cet endommagement qui a lieu à l'échelle de la microstructure, deux grandes approches existent :

- La mécanique de l'endommagement continu (Continuum Damage Mechanics CDM) qui considère l'endommagement comme une dégradation progressive de la matière. On introduit alors une variable thermodynamique d'endommagement qui au cours du chargement va diminuer les modules élastiques du matériau. On assiste alors macroscopiquement à une dégradation des propriétés mécaniques. On peut en fonction des formulation dégrader également les propriétés plastiques.
- La mécanique des matériaux poreux. Ici on considère un endommagement par croissance et coalescence de porosités. La porosité devient une variable interne du modèle. La croissance des porosités est liée à la déformation irréversible et aux triaxialités des contraintes.

Ici le choix s'est porté sur la seconde approche. En effet les micro-mécanismes d'endommagement par croissance de cavités correspondent bien aux observations expérimentales réalisées. Ainsi le changement de volume est bien pris en compte.

Ainsi, le modèle endommageable proposé est le modèle Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) [Gurson, 1977], [Tvergaard, 1982] et [Tvergaard and Needleman, 1984] modifié par Besson et al. [Besson and Guillemer-Neel, 2003]. Ce type de modèle a déjà été utilisé plusieurs fois pour traiter la réponse mécanique d'un polymère semi-crystallin :

- Lafarge [Lafarge, 2006] dans ses travaux de thèse puis Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2009a] sont parvenus à modéliser la réponse mécanique en traction du Polyvinylidène Fluoride (PVDF) à différentes températures et à différentes vitesses de déformation par le biais du modèle GTN.
- Boisot et al. [Boisot, 2009] [Boisot et al., 2011] ont implémenté un GTN modifié afin d'étudier le changement de volume induit par la croissance de cavités dans le PA11.

Dans ces deux utilisations du modèle GTN modifié, on considère un matériau homogénéisé.

- Un modèle prenant en compte la contribution de chacune des phases amorphe et cristalline couplée avec un modèle endommageable n'est implémenté que par Regrain [Regrain, 2007] dans ses travaux de thèse et par Saï et al. [Saï et al., 2011] pour étudier la réponse en fluage du PA6.

Dans le modèle ici proposé, l'endommagement est identifié comme étant la fraction volumique de porosité p. Pour étudier le comportement endommageable de la matrice, des variables effectives sont introduites. N'importe quelle quantité effective $a_\star$ est définie pour n'importe quel tenseur de contrainte $\underset{\sim}{\boldsymbol{a}}$ et taux de porosité :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{a}} : \frac{\partial a_\star}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{a}}} = a_\star \tag{5.31}$$

Les contraintes effectives (scalaires) $\sigma^a_\star$ et $\sigma^c_\star$ doivent être calculées implicitement à l'aide des conditions :

$$\begin{cases} G(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a, p, \sigma^a_\star) = \dfrac{J(\sigma^a)}{(\sigma^a_\star)^2} + 2q_1 p \cosh\left(q_2 \dfrac{\sigma^a_{kk}}{\sigma^a_\star}\right) - 1 - q_1^2 p^2 = 0 \\ G(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c, p, \sigma^c_\star) = \dfrac{J(\sigma^c)}{(\sigma^c_\star)^2} + 2q_1 p \cosh\left(q_2 \dfrac{\sigma^c_{kk}}{\sigma^c_\star}\right) - 1 - q_1^2 p^2 = 0 \end{cases} \tag{5.32}$$

q_1 et q_2 sont des paramètres matériau liés à l'évolution du taux de porosité p.

Cette formulation diffère de celle des travaux de Saï et al. [Saï et al., 2011]. En effet, dans leurs travaux, Saï et al. décomposent l'endommagement p en endommagement dans chacune des phases p^a et p^c ce qui rajoute deux coefficients matériaux supplémentaires. Ici on considère un endommagement global sur les deux phases ce qui permet alors de réduire le nombre de coefficients. Le fait que la taille moyenne des pores mesurées ici dépasse celle de la phase amorphe interlamellaire permet tout de même de légitimiser cette hypothèse.

Ainsi couplée à l'endommagement, les fonctions de charge s'écrivent :

$$\begin{cases} f^a_\star = \sigma^a_\star - R^a - R^a_0 - R_h \\ f^c_\star = \sigma^c_\star - R^c - R^c_0 - R_h \end{cases} \quad \text{avec} \quad R_h = A_h exp^{(B_h \lambda^a)} \tag{5.33}$$

Les contraintes effectives $\sigma^a_\star$ et $\sigma^c_\star$ sont conjuguées aux contraintes locales σ^a et σ^c par l'équation 5.32. R_h est une fonction introduite pour modéliser le rhéodurcissement du polymère. Cette fonction a déjà été utilisée par Challier et al. [Challier et al., 2006] et Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2009a]. On va considérer ici que le rhéodurcissement prend exclusivement place dans la phase amorphe. En effet, les chaînes polymérique de la phase amorphe vont s'étirer, s'aligner lors de la déformation. Les chaînes ainsi alignées dans la même direction "renforcent" le matériau polymère : c'est le rhéodurcissement. C'est pourquoi R_h ne dépend que de la déformation viscoplastique cumulée de la partie amorphe. Bien que issue de la phase amorphe du polymère, c'est l'ensemble du matériau qui se trouve rhéodurci. C'est pourquoi chacune des deux fonctions de charge possède le terme de rhéodurcissement, on introduit donc ici un couplage entre les phases amorphe et cristalline. A_h et B_h sont des paramètres matériau liés à la fonction de rhéodurcissement.

Les équations d'évolution des déformations viscoplastiques s'écrivent finalement :

$$\begin{cases} \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^a = (1-p)\dot{\lambda}^a \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^a_\star \\ \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^c = (1-p)\dot{\lambda}^c \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^c_\star \end{cases} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^a_\star = \dfrac{\partial \sigma^a_\star}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a} \\ \underset{\sim}{\boldsymbol{n}}^c_\star = \dfrac{\partial \sigma^c_\star}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c} \end{cases} \tag{5.34}$$

L'évolution de la porosité p est obtenue à partir des équations de conservation de masse. Le volume V_m occupé par la matrice polymère à $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = 0$ est lié au volume global par la relation :

$$V_m = (1-p)V_t$$

La quantité de matière polymère étant constante, on a alors : $\dot{V}_m = 0$. En dérivant la précédente équation nous obtenons :

$$-\dot{p}V_t + (1-p)\dot{V}_t = 0$$

L'évolution de la porosité est alors contrôlée par la trace de la vitesse de déformation viscoplastique (variation de volume) :

$$\dot{p} = (1-p)\dot{V}_t/V_t = (1-p)tr(\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^{vi})$$

La déformation viscoplastique irréversible se distribue sur chacune des phases amorphe et cristalline en fonction du taux de cristallinité χ. On peut alors déterminer la distribution de l'endommagement sur chacune des phases :

$$\dot{p} = (1-p)[(1-\chi)tr(\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^{a}) + \chi tr(\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^{c})] \tag{5.35}$$

Seulement 10 paramètres matériau doivent être ici identifié. Le précédent modèle de Saï et al. [Saï et al., 2011] nécessitait l'identification de 18 paramètres.

5.4.3 Identification des paramètres

Les équations de la loi de comportement proposée ci-dessus introduisent des coefficients matériau qu'il faut déterminer. Afin d'identifier ces paramètres, une méthode d'optimisation inverse par itération a été mise au point à l'aide du code éléments finis Zset [Besson and Foerch, 1997]. L'identification des paramètres se fait dans un premier temps sur les résultats du PA6-R. Un recalage est alors réalisé afin de prendre en compte le comportement du PA6 de la présente étude. Les calculs ont été réalisés sous l'hypothèse des grandes déformations.

Certains paramètres sont identifiés par mesures directes. Le module d'Young apparent a été déterminé par Regrain et al. [Regrain et al., 2009]. On le fixe alors à $E = 2500$ MPa. Le coefficient de Poisson est quand à lui évalué à $\nu = 0.38$. Le taux de cristallinité χ mesuré par Modulated Differential Scanning Calorimetry (MDSC) par Regrain et al. [Regrain et al., 2009] est 43%.

Pour identifier les autres paramètres, une méthode d'optimisation particulière est mise en place. En effet, celle-ci se base sur les données globales et locales introduites précédemment. Les données globales sont liées au comportement macroscopique du PA6 comme par exemple les courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué. Les données locales concernent les distributions des taux de porosité dans les directions radiale et axiale issues des analyses réalisées sur les scans de tomographie. Ce type de problèmes avec un grand nombre d'inconnus et de paramètres d'entrée est mal posé et n'admet pas de jeu unique de solution. C'est plutôt un ensemble de solutions acceptables, plus ou moins fidèles aux données expérimentales qu'il faut envisager. Ainsi nous ne cherchons pas une solution unique mais plutôt un jeu de paramètres qui reproduit "au mieux" les données expérimentales aussi bien globales que locales.

La première étape dans la procédure d'identification concerne les données globales. Les paramètres liés au comportement plastique des phases amorphe : R_0^a, Q_a, b_a et cristalline : R_0^c, Q_c, b_c ainsi que les coefficients qui gèrent le comportement visqueux : K_a, n_a, K_c, n_c sont identifiés à l'aide des courbes de contraintes nettes déplacements appliqués.

Le modèle multi-mécanismes permet de décrire le comportement des phases amorphe et cristalline qui sont étroitement mélangés dans une structure sphérolitique. La taille des domaines élastiques R_0^a et R_0^c est considéré comme égale pour chacune des phases. De plus, les courbes de contrainte / déplacement ne présentent pas de points nets caractéristiques d'une transition entre comportement élastique et viscoplastique. On tente néanmoins d'estimer graphiquement ces valeurs lorsque les courbes s'éloignent des pentes initiales élastiques. On obtient alors $R_0^a = R_0^c \simeq 40$ MPa.

Les courbes contrainte nette / déplacement appliqué des deux géométries NT4 et NT045 sont utilisées pour identifier les paramètres viscoplastiques.

Afin de déterminer un jeu de paramètres optimal, on fixe arbitrairement l'un des coefficients des couples Q, b et K, n puis on identifie l'autre paramètre. Par exemple, n_a, n_c, b_a et b_c peuvent être des valeurs arbitrairement fixées tandis que le processus d'identification s'effectue sur K_a, K_c, Q_a et Q_c respectivement. Cet identification des paramètres sur les données globales est effectuée sur les

courbes jusqu'à la contrainte nette maximal. En effet, il a été montré que jusqu'à ce maximum de contrainte les éprouvettes NT ne subissent pas de grand changement de volume [Challier et al., 2006], [Laiarinandrasana et al., 2009a]. Pendant cette étape d'optimisation, les coefficients gérant l'endommagement sont désactivés : la porosité initiale est nulle : $p_0 = 0$ ce qui supprime la croissance de porosité.

La seconde étape du processus d'identification est liée aux données expérimentales locales. Les paramètres associés à l'évolution de l'endommagement (q_1, q_2) ainsi que les paramètres du rhéodurcissement (A_h, B_h) sont identifiés à l'aide de la seconde partie des courbes contrainte / déplacement i.e. les courbes après la contrainte maximale d'une part, et les distributions expérimentales de porosité dans la direction radiale pour NT4 et NT045 d'autre part. Dans cette étape, la porosité initiale est fixée à : $p_0 = 1\%$ ce qui a été mesuré expérimentalement [Regrain et al., 2009] sur les surfaces de cryofractographie. Cette étape de l'identification repose sur l'établissement d'un compromis acceptable entre une bonne description des courbes contrainte / déplacement d'une part et les distributions de porosité dans la section minimale pour NT4 et NT045 d'autre part.

De nombreux jeux de paramètres sont acceptables pour décrire les courbes expérimentales macroscopiques. Peu de ces jeux sont capables de correctement décrire les distributions de porosité p^N et en particulier le changement de localisation de l'endommagement maximal entre NT4 et NT045. Optimiser les coefficients sur les courbes globales et locales est ici d'une importance majeure afin d'avoir un modèle capable de prendre en compte le comportement endommageable de la matrice confinée.

5.4.4 Comparaisons expérimental / numérique sur PA6-R

Nous allons maintenant comparer les résultats expérimentaux avec les résultats des essais NT4 et NT045 simulés numériquement. Les simulations numériques ont été réalisées sur des éléments linéaires 2D axisymmétriques avec points d'intégrations réduits (1 seul point d'intégration). Les déplacements expérimentalement imposés sont retransmis sur les nœuds supérieurs de chacuns des maillages NT4 et NT045. Un de ces nœuds est sélectionné afin de suivre le chargement résultant. Le tableau 5.4 montre les coefficients identifiés par la routine d'optimisation ittérative qui modélisent le comportement du PA6-R.

Dans toute cette partie, les marqueurs "vides" représentent les données expérimentales tandis que les marqueurs "pleins" sont liés aux résultats numériques.

Param.	Valeurs	Unités	Param.	Valeurs	Unités	Param.	Valeurs	Unités
n_a	4		n_c	5		q_1	1	
K_a	43.5	MPa.s	K_c	48.5	MPa.s	q_2	1.5	
R_0^a	40	MPa	R_0^c	40	MPa	A_h	14.8	MPa
Q_a	35	MPa	Q_c	60	MPa	B_h	1.5	
b_a	8		b_c	10				

E =2500 MPa, ν =0.38, χ=0.43

Tab. 5.4: Paramètres matériau pour le PA6-R

Comportement macroscopique

Les résultats de la simulation par éléments finis de la réponse du modèle aux sollicitations macroscopiques sont présentés sur la figure 5.12(a) qui montre les contraintes nettes (F/S_0) en fonction des

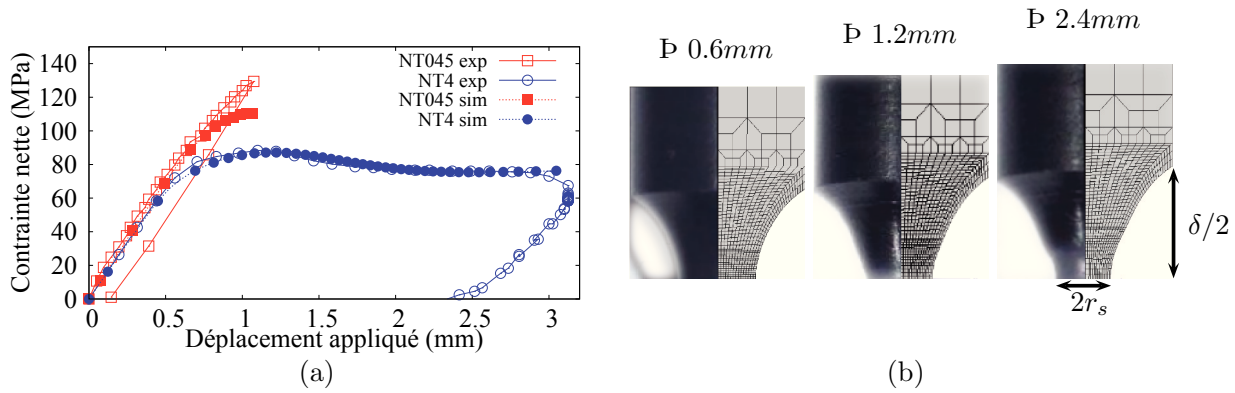


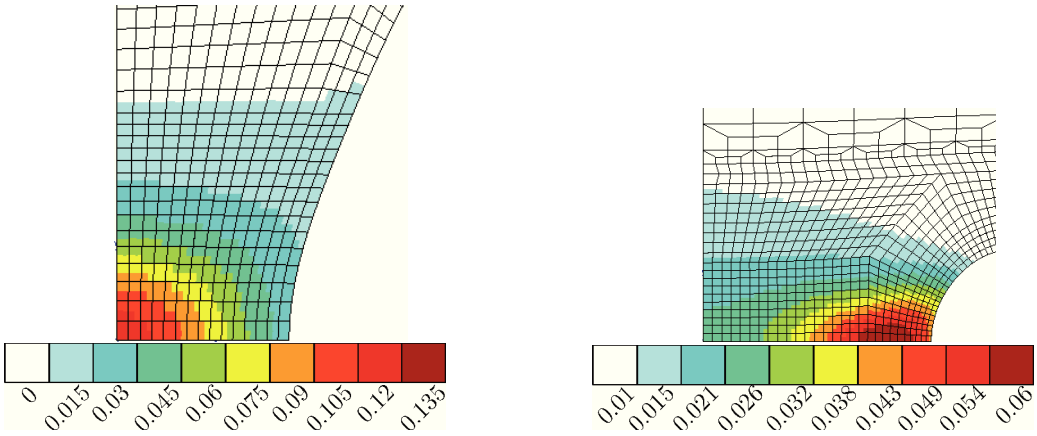
FIG. 5.12: (a) Courbes de contraintes nettes en fonction du déplacement appliqué pour des essais sur NT4 et NT045. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques. (b) Comparaisons entre déformées expérimentales et numériques pour chacun des Þ de NT4.

déplacements appliqués pour NT4 et NT045. Ici, on ne représente que les résultats expérimentaux de NT4 pour Þ = 2.4 mm qui correspond à l'essai le plus long.

On constate qu'il y a une bonne adéquation entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques pour chacune des géométries NT4 et NT045 (donc pour des taux de triaxialité des contraintes différents). Néanmoins, la simulation sous-estime légèrement la contrainte maximal pour NT045. Le modèle permet tout de même une excellente description de la phase d'adoussicement qui suit la contrainte maximale et simule très bien la phase de plateau de contrainte de l'éprouvette NT4, phase où rhéodurcissement et endommagement sont en compétition. Cette description réaliste des phases de NT4 nous permet de choisir, dans la simulation, et avec précision les résultats à dépouiller qui se rapprochent le plus des résultats expérimentaux sur éprouvettes interrompues. On pourra tout de même critiquer que les déchargements ne sont pas simulés ce qui peut conduire à des surestimations des taux de porosité simulés. C'est pourquoi nous ne nous intéressons ici qu'à l'allure des courbes de distribution en normalisant p par ses valeurs extrêmes.

Des simulations de chargement-déchargement ont été réalisées afin de corriger ces surestimations. Le modèle ne capture pas la mécanique de relaxation visco-plastique expérimentalement observée. En effet, le modèle tel quel ne peut pas prendre en compte les phénomènes liés aux sollicitations cycliques puisqu'il est établi pour répondre aux sollicitations monotones croissantes. De plus les différences de taux de porosité calculées entre éprouvette chargée juste avant la décharge et éprouvette déchargée sont négligeables. Expérimentalement, on peut intuiter que certaines cavités se referment lorsque l'éprouvette est déchargée. Ainsi il faudrait étendre le modèle pour qu'il puisse prendre en compte les phénomènes issus des sollicitations cycliques.

Les dimensions caractéristiques des éprouvettes NT4 déformées pour chacun des déplacements résiduels Þ ont été mesurées par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b]. Le tableau 5.2 reprend ces résultats et les compare avec les résultats simulés. On observe alors qu'il y a encore une adéquation entre expérimental et numérique. En effet, l'écart maximal est de 6% pour la demi-ouverture d'entaille et de 10% pour la mesure du rayon de la section minimale. Ces résultats sont très acceptables face aux dispersions expérimentales. Simuler la décharge permet de réduire légèrement l'écart. Ces dimensions caractéristiques sont représentées sur la figure 5.12(b) qui compare les déformées expérimentales et numérique de NT4 pour chaque Þ. La région de ré-entaillage peut clairement



(a) (b)

FIG. 5.13: (a) Isovaleurs de l'endommagement p sur NT4 pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 2.00$ mm, l'endommagement maximal $p_{max} = 12.9\%$ est situé au centre de la section minimale. (b) Isovaleurs de l'endommagement p sur NT045 pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 1.08$ mm, l'endommagement maximal $p_{max} = 6.6\%$ est situé proche du bord d'entaille.

être observées sur les photos et les déformées numériques pour Þ = 1.2 mm et = 2.4 mm.

Concernant les variables globales, les paramètres macroscopiques, le modèle proposé donne de bons résultats entre expérimental et numérique. En effet, malgré une sous-évaluation de la contrainte nette maximale pour NT045, les courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour les deux géométries sont bien retranscrites par les simulations. De plus, on remarquera qu'il n'y a qu'au maximum 10% d'erreur entre déformées expérimentales et numériques ce qui nous conforte dans le choix des coefficients matériau.

Distribution de porosité

Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012b] ont montré la correlation entre les distributions radiales de porosités mesurées et l'allure des courbes des taux de contrainte multiaxiales (triaxialité τ). En effet, le modèle de Bridgman [Bridgman, 1944] considère un matériau parfaitement plastique mais ne possède aucune variable associée à la variation irréversible de volume comme la porosité. Le modèle présenté possède une variable interne p que l'on peut comparer à l'allure des courbes de taux de porosité.

Afin de comparer les résultats expérimentaux avec les simulations numériques, les déplacements imposés avant déchargement sont enregistrés. Ainsi, pour les éprouvettes NT4, les déplacements appliqués u_{ap} avant déchargement correspondant aux éprouvettes Þ = 0.6, 1.2 et 2.4 mm sont $u_{ap} = 1.2, 2.0$ et 3.1 mm respectivement. De même pour NT045, $u_{ap} = 1.1$ mm. On peut alors dépouiller les résultats numériques aux mêmes déplacements appliqués afin de comparer les distributions de porosité expérimentales et la variable interne liée à l'endommagement. Ainsi, la figure 5.13 représente les isovaleurs de porosité calculées par le code éléments finis Zset pour chacune des éprouvettes déformées NT4 et NT045. Ces isovaleurs montrent clairement que le modèle est capable de prendre en compte le changement de localisation de l'endommagement maximal en fonction du rayon d'entaille.

Le tableau 5.1 reprend les valeurs extrema expérimentales et numériques pour NT4 et NTO45. On remarque alors que le taux de porosité maximal expérimental déterminé pour NT4 Þ = 1.2 est 15%. Il est en adéquation avec celui déterminé par éléments finis pour $u_{ap} = 2.00$ mm de 12.9%.

Mais ce n'est pas le cas pour NT4 Þ = 0.6, NT4 Þ = 2.4. L'étude des différentes valeurs de p_{max} et

p_{min} nous montre que la vitesse d'augmentation de p simulée est plus rapide que celle expérimentale.

Ceci nous montre que les coefficients peuvent encore être affinés afin de coller au mieux les données locales.

Il faut tout de même nuancer les mesures de porosités expérimentales pour différentes raisons :

- Nous comparons ici une valeur expérimentale mesurée après déchargement des éprouvettes avec une valeur numérique établie en cours de chargement. Le déchargement peut provoquer la fermeture de certaines porosités. On peut alors accepter une surestimation des valeurs de porosités numériques.
- Comme vu précédemment, les techniques de seuillage des niveaux de gris qui permettent d'obtenir à partir des coupes tomographiques les valeurs des taux de porosité sont accompagnées de plusieurs difficultées. En effet, le seuillage est toujours un compromis que l'analyste pense acceptable pour représenter au mieux ce qu'il souhaite quantifier. De plus un découpage par zones peut amener des biais statistiques.
- La forme des porosités n'est pas prise en compte par les calculs. Le calcul considère une porosité sphérique tandis que les observations réalisées montrent que la porosité a une toute autre forme : issue d'un disque elle croit sous forme de cylindre qui s'allonge.

C'est pour ces raisons que nous nous intéressons à l'allure des courbes plus qu'aux valeurs des taux de porosité.

Les figures 5.14 (a), (c) et 5.15(a) comparent les distributions de porosités expérimentales (marqueurs vides) et numériques (marqueurs pleins) dans la direction radiale de la section minimale déformée pour chacunes des éprouvettes NT4 interrompues. Ces courbes montrent clairement que le modèle proposé est capable de décrire les allures des distributions expérimentales dans la direction radiale. En effet, pour chacune des éprouvettes NT4 interrompues le taux de porosité est maximal au centre de la section minimale, de plus, les courbes ont une allure parabolique dans la direction radiale. Les simulations donnent une bonne localisation de l'endommagement maximal et présentent aussi des allures paraboliques. On remarquera que la diminution de l'endommagement à partir de la valeur maximale est moins abrupte pour les simulations que pour les expérimentions. C'est surtout le cas pour $\text{Þ} = 1.2$ mm. L'étalement des distributions expérimentales n'est pas bien pris en compte. On notera tout de même que ces distributions font partie du processus d'identification des coefficients. Ici encore, il serait possible d'affiner les coefficients afin de mieux prendre en compte l'étalement des distributions de pores.

Les figures 5.14 (b), (d) et 5.15(b) montrent les distributions de porosité expérimentales et numériques dans la direction axiale pour chacune des éprouvettes NT4. Ces données expérimentales ne font pas partie du processus d'identification et d'optimisation des coefficients matériau. Les courbes montrent une bonne adéquation entre expérimental et numérique. En effet, les allures de courbes en "S" sont bien représentées par les calculs éléments finis. Ces résultats nous montrent une fois encore la pertinence des coefficients matériau choisis et valident en partie la loi de comportement proposée.

Les distributions expérimentale et simulée de porosité dans la direction radiale pour NT045 sont présentées sur la figure 5.15(d). Ici, le maximum de porosité expérimentalement mesuré est localisé proche du bord de l'entaille. Bien que légèrement plus décalé vers le bord d'entaille, le modèle possède une bonne localisation de l'endommagement maximal. Il y a encore ici une bonne adéquation entre allures des courbes expérimentale et numérique.

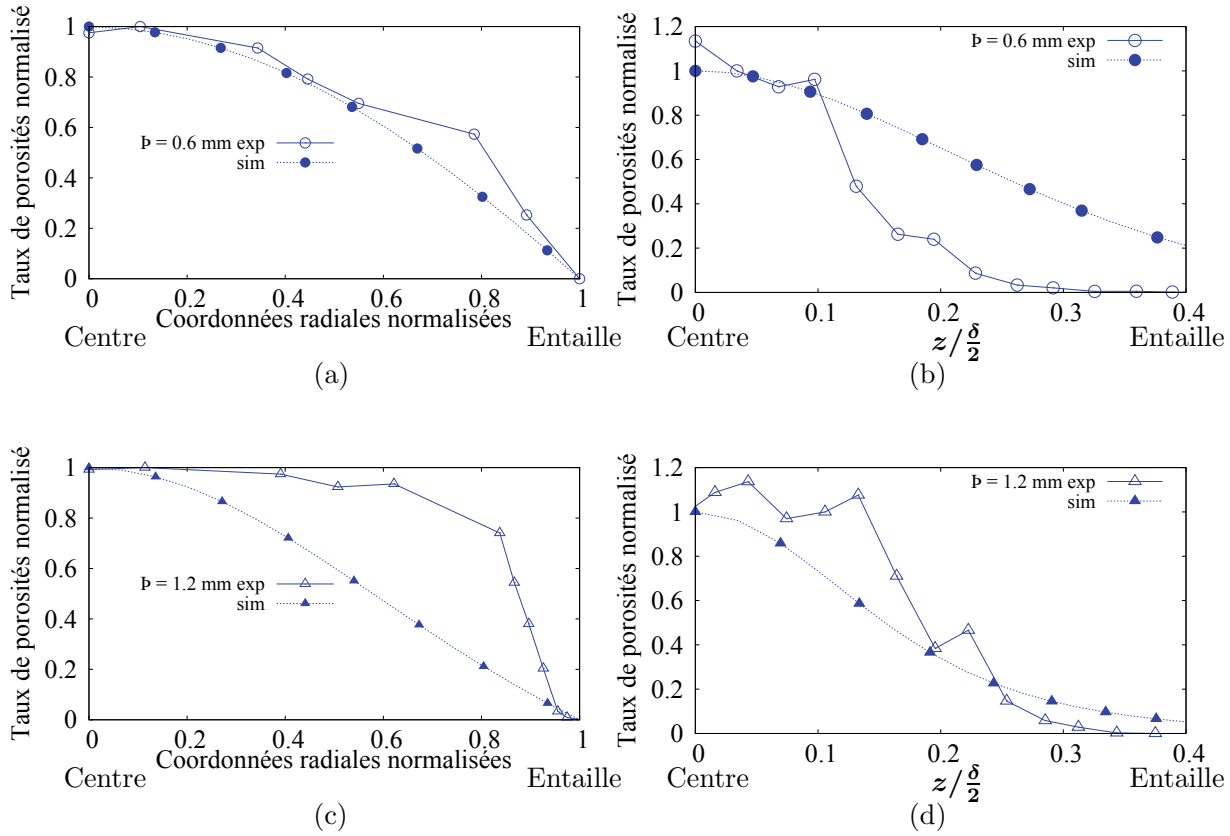


FIG. 5.14: (a) et (c) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour Þ 0.6 mm et 1.2 mm respectivement. (b) et (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées axiales normalisées pour Þ 0.6 mm et 1.2 mm respectivement. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques.

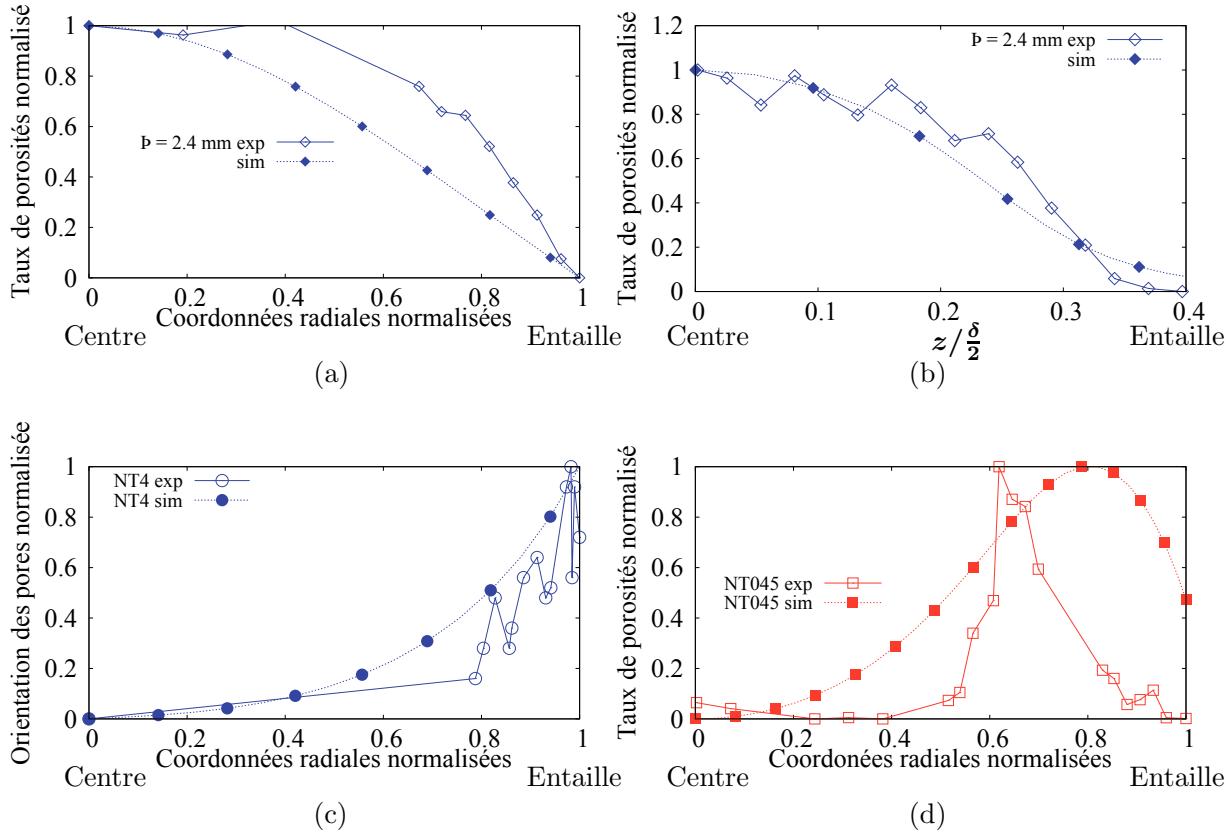


FIG. 5.15: (a) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour Þ 2.4 mm. (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées axiales normalisées pour Þ 2.4 mm. (c) Orientation des porosités mesurée sur l' éprouvette NT4 Þ 1.2 mm dans la section minimale. (d) Taux de porosité normalisé en fonction des coordonnées radiales normalisées pour l'éprouvette NT045. Les marqueurs vides représentent les données expérimentales, les marqueurs pleins sont les données numériques.

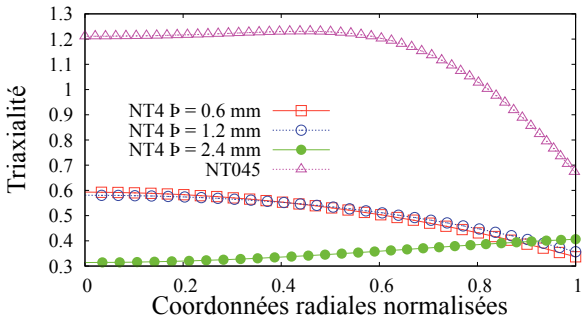


FIG. 5.16: Courbes des triaxialités calculées en fonction des coordonnées radiales normalisées sur NT4 pour chacun des Þ et sur NT045.

Triaxialité locale

On peut à l'aide de cette loi de comportement calculer la triaxialité locale dans la matrice. Le taux de triaxialité τ précédemment introduit va ici être modifié afin de calculer la triaxialité locale de la matrice. On définit alors la triaxialité des contraintes locale dans la matrice τ_σ par :

$$\tau_\sigma = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \tag{5.36}$$

où σ_m est la pression hydrostatique définie par :

$$\sigma_m = \frac{Tr(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a)}{3} \tag{5.37}$$

on rappelle ici que $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^a = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^c = \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$. Tandis que σ_{eq} est une contrainte équivalente (traditionnellement on prend la contrainte équivalente de Mises). Ici, σ_{eq} est définie par :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{(\frac{3}{2}\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^{aD}\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^{aD})} \tag{5.38}$$

avec $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^{aD}$ le tenseur déviatorique des contraintes de la phase amorphe. Ainsi définie, la triaxialité est calculée localement dans la matrice.

La figure 5.16 présente la triaxialité τ_σ localement calculée dans la section minimale des éprouvettes NT045, NT4 Þ = 0.6, 1.2 et 2.4. On peut déjà remarquer que si l'éprouvette n'est pas trop strictionnée, les valeurs maximales de triaxialité locale calculées pour NT4 et NT045 sont en adéquation avec la théorie de Beremin (fig. 5.1(b)). On notera que $\tau_\sigma = 0.6$ pour NT4 avec peu de striction et $\tau_\sigma = 1.5$ pour NT045. Nous verrons par la suite que ces valeurs sont tout de même assez faible face à la triaxialité calculée dans la matrice confinée par les fibres.

Il est très intéressant de comparer la distribution de triaxialité locale des éprouvettes NT4 Þ = 0.6 et 1.2 qui sont peu strictionnées avec la distribution de l'éprouvette NT4 Þ = 2.4 qui l'est beaucoup. On remarque alors que les distributions sont très différentes lorsque la striction est avancée. Il y a en effet une chute de la triaxialité locale qui atteint une valeur de 0.33 au centre de la section minimale. Cette région est tellement strictionnée que la triaxialité a diminuée et rejoint la valeur calculée sur une éprouvette lisse.

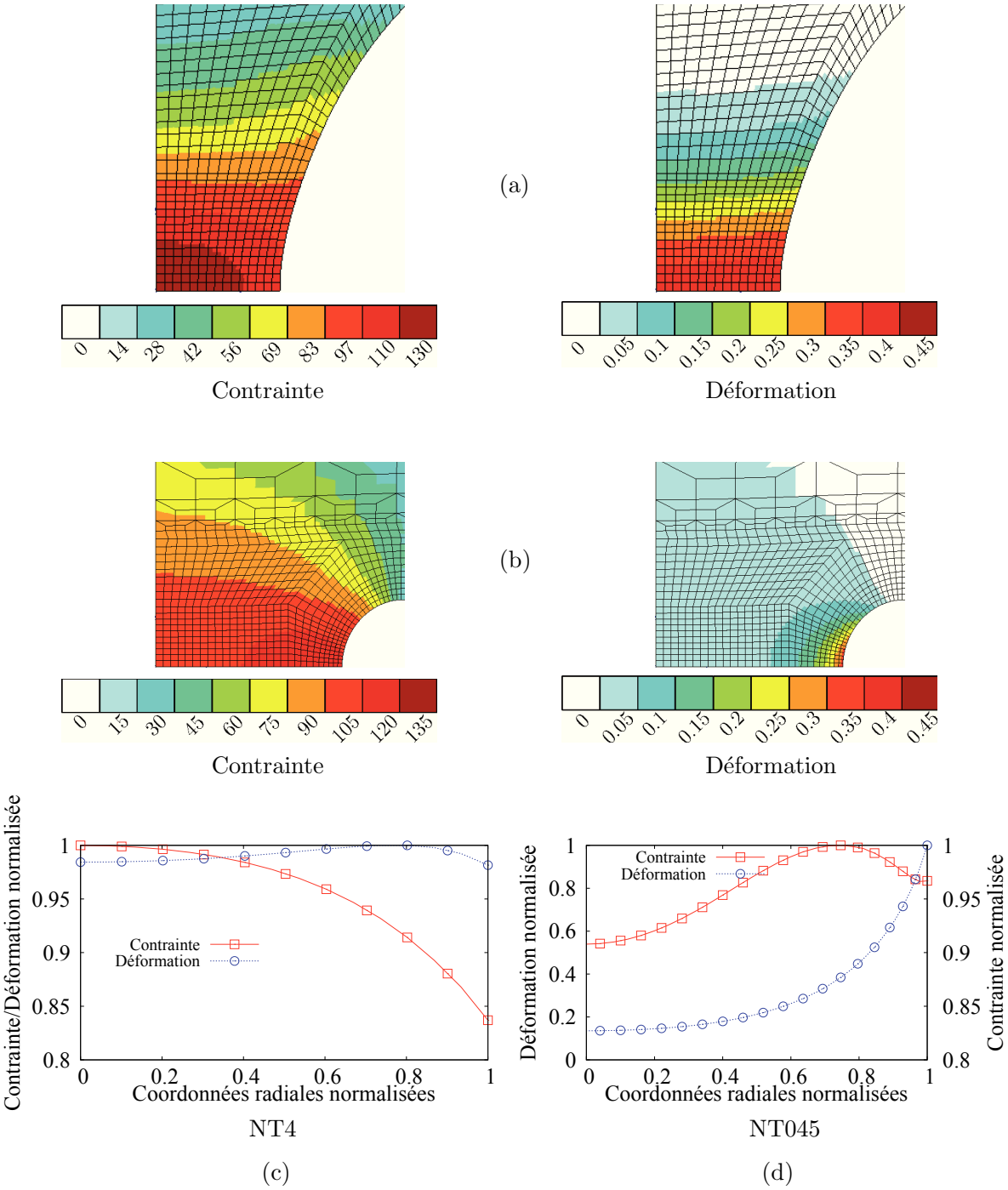


FIG. 5.17: (a) Isovaleurs des plus grandes contrainte et déformation principales sur NT4, pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 1.5$ mm. (b) Isovaleurs des plus grandes contrainte et déformation principales sur NT045, pour un déplacement appliqué $u_{ap} = 0.95$ mm. (c) Distributions des plus grandes contrainte et déformation principales le long de la section minimale pour NT4. (d) Distributions des plus grandes contrainte et déformation principales le long de la section minimale pour NT045.

Orientation des cavités

Le taux de porosité p est une variable scalaire qui ne peut pas prendre en compte l'anisotropie des pores (morphologie, orientation...). L'orientation des "polar fans" présentée dans les figures 5.3 et 5.5(a) ne peut être prise en compte par cette variable. Une première approche consiste à analyser les tenseurs des contraintes et des déformations et de déterminer lequel de ceux-ci est cohérent avec les distributions expérimentales de porosité. Pour ce faire, les contraintes et déformations principales sont extraites des résultats éléments finis. Nous nous intéressons ici aux plus grandes contrainte et déformation principales. Les isovaleurs de la plus grande contrainte principale et de la plus grande déformation principale pour NT4 et NT045 sont présentés sur la figure 5.17(a) et (b). Ces isovaleurs correspondent aux résultats obtenus pour un déplacement appliqué de 1.5 mm et 1.0 mm pour NT4 et NT045 respectivement. Ces valeurs correspondent au déplacement de la fin de l'adoucissement pour NT4 et au maximum de contrainte nette pour NT045. On constate que les gradients d'isovaleurs de la plus grande contrainte principale sont en adéquation avec ceux des isovaleurs d'endommagement représentés sur la figure 5.13. La figure 5.17(c) présente les distributions normalisées de la plus grande contrainte principale σ_1^N et de la plus grande déformation principale ε_1^N dans la direction radiale de la section minimale de NT4. Ces valeurs normalisées sont définies par : $\sigma_1^N = (\sigma_1)/(\sigma_1^{max})$ et $\varepsilon_1^N = (\varepsilon_1)/(\varepsilon_1^{max})$. Ces deux distributions sont très différentes. En effet, pour NT4 qui présente une triaxialité modérée, la figure 5.17(c) montre une corrélation entre les résultats numériques et la théorie de Bridgman [Bridgman, 1944]. La plus grande déformation principale est relativement constante dans la section, tandis que la plus grande contrainte principale a une allure parabolique. Le profil de distribution de la contrainte principale coïncide également avec l'allure des distributions de porosité expérimentales.

La figure 5.17(d) montre la plus grande contrainte principale et la plus grande déformation principale dans la direction radiale pour NT045. Ici pour une triaxialité forte, la déformation n'est plus considérée comme constante dans la section et montre un fort gradient dont la valeur maximale se situe au bord de l'entaille. La plus grande contrainte principale présente un gradient dont le maximum se situe aux environs du maximal d'endommagement calculé.

De ces comparaisons, on peut conclure que la distribution d'endommagement est cohérente avec la plus grande contrainte principale.

La figure 5.15(c) reprend les résultats expérimentaux de l'orientation des "polar fans" en fonction de la direction radiale. Les orientations des vecteurs propres associés respectivement à la première contrainte principale et à la première déformation principale ont été calculés numériquement au niveau de la section minimale de NT4. La figure 5.15(c) montre les résultats obtenus de l'orientation du vecteur propre associé à la première contrainte principale. On remarque qu'il y a une excellente adéquation entre l'orientation des pores mesurée et l'orientation calculée numériquement.

En conclusion, le modèle numérique ici présenté permet une bonne description du comportement macroscopique du PA6-R pour différents taux de triaxialité des contraintes. Nous insistons sur la nécessité qu'une loi de comportement doit prendre en compte la multiaxialité des contraintes pour pouvoir être appliqué au cas d'une matrice polymère confinée dans un matériau composite. C'est cette triaxialité qui nous intéresse puisque le confinement de la matrice va induire une hétérogénéité de triaxialité des contraintes au sein du matériau composite. Le modèle doit donc être capable de modéliser la matrice soumise à une hétérogénéité de triaxialité. De cette manière on peut évaluer les différences qu'il existe entre le comportement mécanique du polymère massif et celui de la matrice d'un composite confinée par les fibres.

Le modèle est capable de décrire avec précision les distributions des porosités dans l'espace. De plus il capture correctement les différences de localisation de l'endommagement en fonction de la triaxialité. C'est un point clef de la démarche mise en place. La cohérence du modèle est révélée par l'exactitude des distributions axiales de l'endommagement, ainsi que de l'orientation des cavités qui ne sont pas

prise en compte lors de l'identification des paramètres.

L'approche développée qui consiste en une identification des paramètres matériau à l'aide de données macroscopiques globales et de données microscopique locales montre ici toute sa cohérence et est un apport très important de ces travaux de thèse.

Il a été montré ici une forte corrélation entre champs de contraintes (contraintes principales) et distributions de porosités expérimentalement observées, tout comme un lien entre orientation des cavités et orientation des contraintes principales. On peut donc conclure que les contraintes principales et plus généralement les contraintes sont un paramètre important, une force motrice des mécanismes d'endommagement par croissance de cavités, et ce, contrairement aux déformations.

5.5 Recalage des coefficients du modèle pour la matrice PA6

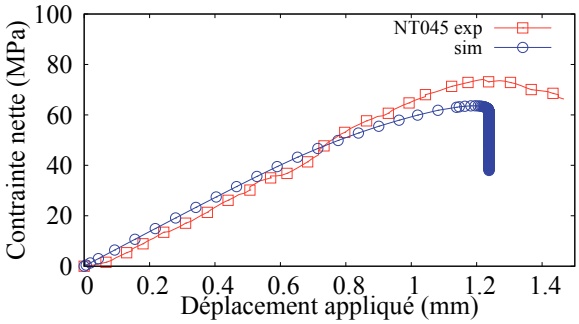
Les essais de traction réalisés sur éprouvettes entaillées du PA6 utilisé comme matrice du matériau composite, vont servir pour recaler les coefficients de la loi de comportement précédemment établie. Ainsi par itérations successives, on réidentifie les paramètres matériau avec la même procédure précédemment décrite. On constate tout d'abord que le module d'Young du PA6 est différent de celui du PA6-R. On le réidentifie alors grâce aux coefficients des pentes élastiques de chacune des trois courbes expérimentales (5.9). Le module d'Young est alors fixé à 1200 MPa. Le coefficient de Poisson n'a pas ici été réidentifié. On gardera alors la valeur de celui du PA6-R. Le taux de cristallinité χ mesuré par DSC (cf 3) vaut : 0.39. On réidentifie alors les paramètres liées à la viscoplasticité à l'aide des courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045, NT4 à 4.9 mm/min et NT4 0.6 mm/min jusqu'à la contrainte maximale. On ajuste alors les coefficients liés à l'endommagement et au rhéo-durcissement à l'aide de la fin des courbes globales et avec les données locales de distribution mesurées expérimentalement sur PA6-R. En effet, nous considérons que les même mécanismes d'endommagement observés sur PA6-R interviennent sur le PA6 de la présente étude. Le tableau 5.5 présente les coefficients matériau ainsi identifiés.

Param.	Valeurs	Unités	Param.	Valeurs	Unités	Param.	Valeurs	Unités
n_a	3		n_c	4		q_1	1	
K_a	43.5	MPa.s	K_c	48.5	MPa.s	q_2	1.9	
R_0^a	20	MPa	R_0^c	20	MPa	A_h	12	MPa
Q_a	30	MPa	Q_c	50	MPa	B_h	2	
b_a	7		b_c	9				

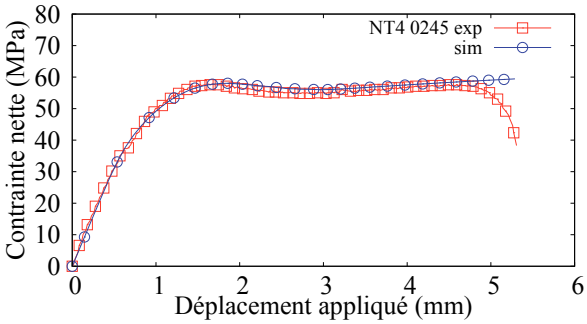
E =1200 MPa, ν =0.38, χ=0.39

Tab. 5.5: Paramètres matériau pour le PA6

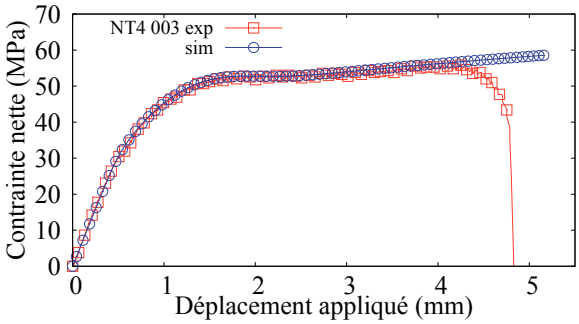
Les figures 5.18(a), (b) et (c) montrent les résultats obtenus par simulations numériques des courbes de contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045 et NT4 aux deux vitesses différentes. La figure 5.18(a) montre une bonne corrélation entre courbe expérimentale et résultats numériques pour NT045. On constate tout de même que la contrainte maximale estimée numériquement est plus faible que celle expérimentalement déterminée. On pourra remarquer que c'était aussi le cas lors de la simulation de l'essais sur NT045 en PA6-R. De plus, la propagation de l'endommagement simulée après la contrainte nette maximale est plus rapide que la propagation expérimentale. On notera que le coefficient q_1 peut en être la cause. Affiner l'identification de celui-ci peut réduire l'accroissement de l'endommagement. La figure 5.18(b) montre une excellente corrélation entre courbes de contrainte / déplacement expérimentale et numérique sur NT4 pour une vitesse de déplacement de 4.9 mm/min. Les différentes phases (montée vers le maximum de contrainte, adoucissement, palier de contrainte) sont très bien simulées. La figure 5.18(c) représente simulation et résultats expérimentaux sur NT4 pour une vitesse de 0.6 mm/min. On constate ici encore une bonne adéquation entre



(a)



(b)



(c)

FIG. 5.18: (a) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT045. Comparaison expérimentale et numérique. (b) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 4.9 mm/min. Comparaison expérimentale et numérique. (c) Contrainte nette en fonction du déplacement appliqué pour NT4 pour une vitesse de 0.6 mm/min. Comparaison expérimentale et numérique.

expérimentation et simulation. La différence de comportement sur NT4 en fonction de la vitesse de sollicitation est bien prise en compte. En effet, à 0.6 mm/min, le pic de contrainte nette maximale a presque disparu.

Les extrémités des courbes simulées sont globalement peu en adéquation avec les résultats expérimentaux. En effet, bien que l'endommagement soit calculé, il n'est pas ici pris en compte la rupture des éléments. Or les résultats expérimentaux sont réalisés jusqu'à la rupture des éprouvettes. Afin de parfaitement décrire les fin des courbes expérimentales, il faut alors introduire des critères de ruptures d'éléments. On peut par exemple définir un taux de porosité p maximum à partir duquel on considère l'élément, dont les points d'intégration atteignent cette valeur, comme rompu [Besson and Foerch, 1997]. On peut ainsi faire propager de proche en proche une fissure dans la matrice. C'est cette méthode qui est mise en œuvre pour simuler la propagation de fissures dans le jonc composite.

5.6 Conclusions

Dans cette partie, nous avons construit un modèle “sur-mesure” qui décrit le comportement du PA6. Celui-ci est construit sur une base expérimentale fournie du PA6-R. En effet, outre des données du comportement macroscopique du PA6-R, il est construit à l’aide de données expérimentales locales de la distribution de porosité, données issues de clichés de tomographie aux rayons X. Les paramètres matériaux sont identifiés par méthode inverse. Le modèle est capable de décrire correctement le comportement macroscopiques et l’évolution microscopique (taux de porosité) du PA6-R. De plus, la localisation de l’endommagement maximal est parfaitement retranscrite par le modèle. Ce modèle prend en compte l’effet de la triaxialité des contraintes, paramètre au rôle majeur puisqu’il est le moteur de l’endommagement. Un recalage de loi est ensuite réalisé sur les données expérimentales du PA6 de la présente étude. C’est avec ce modèle que la matrice du composite renforcé en fibres de verre est modélisée dans le chapitre 6.

Chapitre 6

Modélisations

Ce chapitre est consacré à la modélisation des phénomènes de fissuration transverse dans les matériaux composites. Une première partie expose la mécanique d'un milieu homogène confiné. La méthode permettant d'obtenir des maillages de la microstructure est ensuite détaillée. Une première analyse sur une microstructure de petite taille est présentée. Celle-ci vise à déterminer les paramètres influents sur la réponse du calcul mécanique. Un critère de rupture des éléments est ici rajouté à la modélisation. L'essai de compression diamétrale est ensuite modélisé à l'aide d'une approche multi-échelle. L'étude de l'influence de la variabilité microstructurale sur les cinétique d'amorçage et de propagation est réalisée.

Sommaire

6.1 Préambule : la mécanique d'un milieu homogène confiné 124
6.2 Calcul de structure à l'échelle microscopique 126
6.2.1 Maillage de la microstructure 127
6.2.2 Paramètres influents sur le calcul par éléments finis 132
6.3 Modélisation à deux échelles de l'essai de compression diamétrale 141
6.3.1 Calcul à l'échelle macroscopique 142
6.3.2 Calcul à l'échelle de la microstructure 143
6.4 Conclusions 153

6.1 Préambule : la mécanique d'un milieu homogène confiné

Nous allons ici chercher à comprendre d'où provient la différence de comportement mécanique due à l'effet du confinement. Pour établir un modèle analytique, nous allons raisonner à partir de cas en élasticité linéaire isotrope.

La figure 6.1 présente deux essais de traction. Le premier cas présenté sur la figure 6.1(a) correspond à un essai de traction classique sur éprouvette lisse. L'élancement de l'éprouvette, ici caractérisé par le rapport hauteur / diamètre, est important. L'éprouvette est alors soumise à des sollicitations uniaxiales représentées ici par les deux flèches. Le tenseur des contraintes $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ s'écrit :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{zz} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{6.1}$$

La loi de Hooke, exprimée pour un matériau élastique linéaire isotrope donne :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \frac{E}{1+\nu}\left(\underset{\sim}{\boldsymbol{\epsilon}} + \frac{\nu}{1-2\nu} Tr(\underset{\sim}{\boldsymbol{\epsilon}})\underset{\sim}{\boldsymbol{I}}\right) \tag{6.2}$$

avec E et ν le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau.

On peut alors exprimer le tenseur de déformation $\underset{\sim}{\boldsymbol{\epsilon}}$:

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\epsilon}} = \frac{1}{E}\begin{bmatrix} \sigma_{zz} & 0 & 0 \\ 0 & -\nu\sigma_{zz} & 0 \\ 0 & 0 & -\nu\sigma_{zz} \end{bmatrix} \tag{6.3}$$

On remarque alors que le tenseur des contraintes est uniaxial tandis que le tenseur des déformations est multiaxial. On estime la contrainte dans la direction de sollicitation F/S_0 en fonction de la déformation axiale $\Delta l/l_0$: on retombe alors bien sur une mesure classique du module d'Young :

$$\frac{F}{S_0} = \sigma_{zz} \quad , \quad \frac{\Delta l}{l_0} = \epsilon_{zz} = \frac{1}{E}\sigma_{zz} \tag{6.4}$$

De manière classique, le rapport entre les contrainte et déformation nominales donne accès au module d'Young :

$$E = \frac{F/S_0}{\Delta l/l_0} = \frac{\sigma_{zz}}{\epsilon_{zz}} \tag{6.5}$$

A l'inverse, l'éprouvette du second cas présenté par la figure 6.1(b) possède un élancement faible. Une partie du matériau ici représenté par le cylindre en pointillé ne se déforme que suivant la direction de sollicitation. Donc $\epsilon_{rr} = \epsilon_{\theta\theta} \simeq 0$. Cette partie du matériau subit une pure variation de volume. Le tenseur de déformations est ici uniaxial et s'écrit :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\epsilon}} = \begin{bmatrix} \epsilon_{zz} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{6.6}$$

A l'aide de la loi de Hooke, on peut alors exprimer le tenseur des contraintes :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)}\begin{bmatrix} (1-\nu)\epsilon_{zz} & 0 & 0 \\ 0 & \nu\epsilon_{zz} & 0 \\ 0 & 0 & \nu\epsilon_{zz} \end{bmatrix} \tag{6.7}$$

On remarque alors que le tenseur des contraintes est multiaxial.

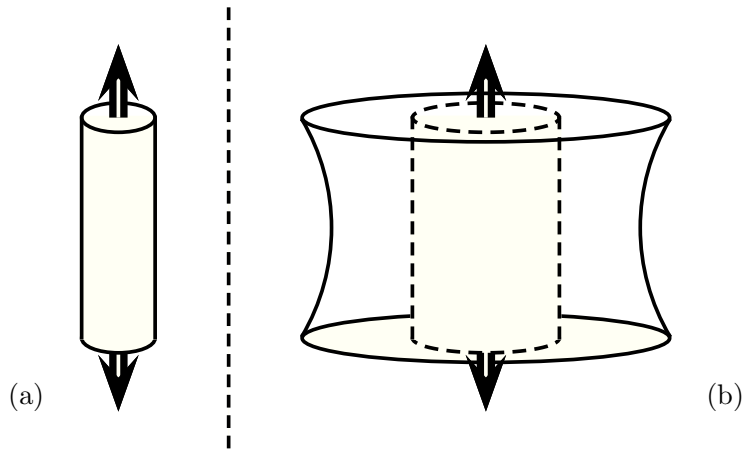


FIG. 6.1: Schéma illustrant la différence entre module d'Young et module de compressibilité.

Si comme précédemment, on estime la contrainte et la déformation suivant la direction de sollicitation à partir des mesures expérimentales F/S_0 et $\Delta l/l_0$ respectivement, on obtient :

$$\frac{F}{S_0} = \sigma_{zz} \quad , \quad \frac{\Delta l}{l_0} = \epsilon_{zz} = \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{E(1-\nu)}\sigma_{zz} \tag{6.8}$$

Si on exprime le rapport entre les contrainte et déformation nominales, on obtient cette fois :

$$\frac{F/S_0}{\Delta l/l_0} = \frac{\sigma_{zz}}{\epsilon_{zz}} = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \tag{6.9}$$

Visiblement, la "rigidité" obtenue à partir des mesures expérimentales ne réflète pas seulement le module de Young. En effet, il apparaît ici l'expression du module de compressibilité $K = 3E/(1-2\nu)$ affectée par des termes fonction du coefficient de Poisson. La sensibilité vis-à-vis du coefficient de Poisson ν est prépondérante puisque si ν est proche de 0.5 (matériau incompressible) le rapport va tendre vers l'infini. En définitive, selon les paramètres de confinement du matériau testé relevant simplement du rapport d'élancement de l'échantillon homogène, la rigidité mesurée peut augmenter "artificiellement" sans que ce soit le reflet d'une augmentation du module de Young.

Il existe alors un élancement seuil à partir duquel le tenseur des contraintes est principalement multiaxial. De même il existe un élancement seuil à partir duquel le tenseur des contraintes est principalement uniaxial. Entre ces deux cas, il y a une combinaison des deux effets, module d'Young et coefficient de Poisson s'expriment conjointement.

Ces problématiques ont été largement étudiées dans le cas des caoutchoucs, matériaux réputés incompressibles. On pourra se référer aux travaux de Gent et Lindley [Gent and Lindley, 1958] complétés par ceux de Lindsey [Lindsey, 1967] qui montrent que pour obtenir un tenseur des contraintes essentiellement triaxial lors d'un essai de traction sur un matériau presque incompressible (coefficient de Poisson 0.49), un rapport diamètre / hauteur de 15 est nécessaire (ici, en se référant à l'élancement elc précédemment défini on trouve alors $elc = 0.067$). De même Layouni dans ses travaux de thèses [Layouni, 2004] qui étudie le comportement d'un caoutchouc chargé estime qu'un rapport diamètre / hauteur de 7 est suffisant afin d'obtenir des contraintes triaxiales.

Dans le matériau composite, du fait de l'état de confinement de la matrice par les fibres, des phénomènes similaires prennent place. Ainsi, suivant l'élancement elc, la matrice confinée par les fibres est soumise à une hétérogénéité de triaxialité des contraintes. Contrairement au cas élastique linéaire précédemment évoqué, nous avons vu que la matrice a été modélisée par un comportement

élasto-visco-plastique endommageable. Le maillage de la microstructure permet d'analyser l'état des contraintes complexe régnant dans la structure.

6.2 Calcul de structure à l'échelle microscopique

Lorsque l'on souhaite simuler par éléments finis des phénomènes qui prennent place à l'échelle de la microstructure, une des premières problématiques à surmonter est le *choix* de la taille de la microstructure à modéliser. En effet, elle doit relever d'un compromis entre le coût calcul et la représentativité (précision) des phénomènes simulés. La microstructure ainsi optimisée par sa taille est alors appelé Volume Elémentaire Représentatif (VER). Ainsi pour chaque phénomène, module, critère, paramètre que l'on souhaite simuler est associée une taille de VER. Chacune de ces tailles de VER est bien souvent différente. L'étude par VER a été très vastement étudiée pour estimer les propriétés élastiques des matériaux composites.

Nous cherchons donc ici un VER permettant de rendre compte des phénomènes de pression hydrostatique dans la matrice confinée, ainsi que des phénomènes d'initiation et de croissance de fissures transverse dans la microstructure du PA6FV.

Les VER les plus simples sont élaborés en faisant l'hypothèse d'une distribution régulière (carrée ou hexagonale) des fibres dans la matrice. Néanmoins, ces types de distributions ne reflètent pas suffisamment le champ des contraintes dans la microstructure, la pression hydrostatique induite par le confinement de la matrice et n'est donc pas assez réaliste. L'utilisation de cellules périodiques peut conduire à une sous-estimation de la fissuration matricielle et de l'amorçage de l'endommagement qui sont deux phénomènes de grands intérêts [Trias et al., 2006]. De plus, il faut prendre en compte le fait que l'étude de l'amorçage implique la localisation des phénomènes de déformation et d'endommagement. La théorie de localisation est directement en contradiction avec le concept d'homogénéisation périodique qui cherche à "*diffuser*" l'information.

Dans la bibliographie, différents auteurs ont étudié les propriétés transverses et la fissuration transverse des composites par le biais de calcul sur VER. Gonzàles et al. [Gonzàlez and Llorca, 2007] et Yang et al. [Yang et al., 2012] ont étudié les micro-mécanismes liés à la fissuration transverse pour des matériaux composites à matrice époxy renforcée de fibres de carbone. Ces derniers proposent un VER contenant 30 fibres et montrent qu'il est approprié pour simuler le comportement transverse du composite. Vaughan et al. [Vaughan and McCarthy, 2011] ont quant à eux étudié l'influence des contraintes thermiques résiduelles sur les propriétés transverses d'un composite à matrice époxy renforcée en fibres de carbone. Ils observent qu'un VER 2D de 66 μm^2 contenant 80 fibres permet une bonne simulation des champs de contraintes. Trias et al. [Trias et al., 2006] cherchent la taille suffisante d'un VER statistique permettant de reproduire les phénomènes d'endommagement d'une matrice polymère renforcée de fibres de carbone. Ils concluent que la taille minimale vérifie $\delta = L/R = 50$ où L est la taille d'un côté du VER et R le rayon d'une fibre. Wongsto et al. [Wongsto and Li, 2005] se sont intéressés à un VER composé d'une centaine de fibres et montrent que l'erreur liée à de mauvaises conditions aux limites sur le VER est négligeable après un espacement de plusieurs fois la taille du diamètre d'une fibre. Melro et al. [Melro et al., 2013] étudièrent une loi de comportement et d'endommagement pour un composite à matrice époxy à l'aide de deux différents VER 3D. Le premier des deux vérifie $\delta = 10$ tandis que l'autre $\delta = 20$. Ces deux VER permettent une bonne description du comportement transverse.

On constate alors rapidement qu'il y a presque autant de tailles de VER que d'études traitant de la simulation du comportement transverse des matériaux composites.

Nous n'avons ni déterminé une taille optimale de VER, ni établi un VER statistique. Nous nous sommes intéressés à un VER morphologique. Nous proposons un VER 2D de petite taille (93 μm de côté) contenant 18 fibres qui va nous permettre d'étudier différents paramètres, et deux VER 2D plus grand (155 μm de côté) contenant environ 60 fibres afin de modéliser les phénomènes d'initiation et

de propagation de fissures qui prennent place lors des essais de compression diamétrale.

La section suivante est consacrée à la méthode permettant d'établir un maillage éléments finis représentatif de la microstructure du PA6FV.

Nous verrons en détail les différents avantages et inconvénients qu'elle apporte.

6.2.1 Maillage de la microstructure

Pour réaliser le maillage d'une microstructure, il existe deux approches distinctes. La première consiste à générer aléatoirement une microstructure. Cette approche utilisée par différents auteurs [Zeman and Sejnoha, 2001], [Kanit et al., 2003], [Couégnat, 2008], [Chateau, 2012] repose sur une excellente connaissance statistique de la microstructure. En effet, les modèles utilisés par Zeman et al. [Zeman and Sejnoha, 2001] et Couegnat [Couégnat, 2008] génèrent des VER dont les fibres sont positionnées de façon à suivre strictement un indicateur statistique mesuré expérimentalement. Kanit et al. [Kanit et al., 2003] et Chateau [Chateau, 2012] préfèrent distribuer les fibres dans l'espace pour que les VER générées respectent en moyenne un indicateur statistique mesuré expérimentalement (la fraction surfacique en fibres par exemple).

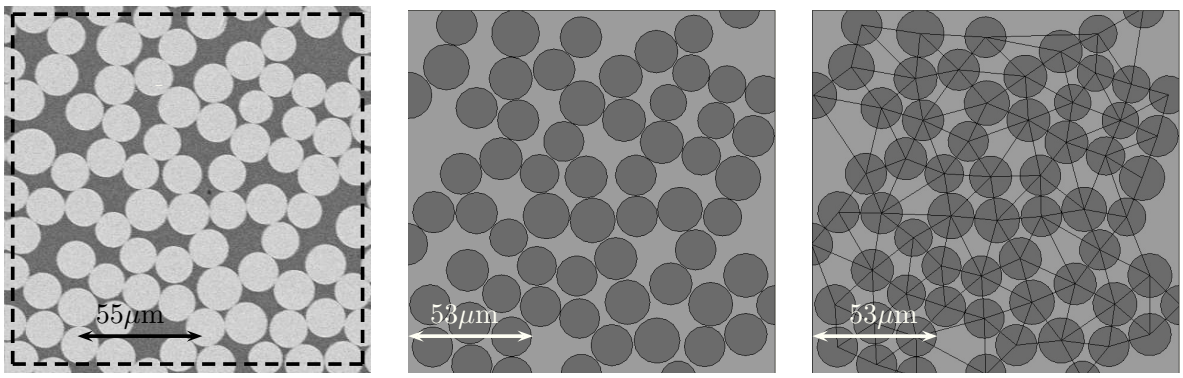
Il existe différents types de modèles de génération aléatoire de particules. Le plus couramment utilisé est le modèle d'Absorption Séquentielle Aléatoire (Random Sequential Adsorption, RSA [Widom, 1966], [Feder, 1980], [Hinrichsen et al., 1986]). Ce modèle permet la génération de disques de diamètre constant dans un domaine en deux dimensions. Les coordonnées des centres des disques sont générées aléatoirement et doivent vérifier que le disque considéré ne chevauche aucun disque déjà généré. De nouvelles coordonnées de centre de disque sont générées tant que celui-ci n'est pas correctement implémenté dans l'espace. Chaque disque dont les coordonnées du centre sont acceptées est définitivement implémenté. Ce modèle est relativement simple à mettre en œuvre mais ne peut générer de hautes fractions surfaciques. En effet, pour un diamètre de fibres constant, il est montré que ce modèle ne peut proposer des fractions surfaciques au delà de 54.7% [Feder, 1980] [Hinrichsen et al., 1986]. En intégrant une variation sur le diamètre des fibres, Chateau et al. parviennent à générer des microstructures dont le taux de fibres surfacique atteint 55% [Chateau et al., 2010]. Ces modèles ne sont pas réalistes face au taux de fibres surfacique mesuré sur le matériau composite PA6FV.

Afin de dépasser cette limite de 55% du taux de fibres surfacique, il faut mettre en place des modèles bien plus complexes. Wongsto et al. [Wongsto and Li, 2005] génèrent des microstructures par perturbations d'un arrangement régulier de fibres. Melro et al. [Melro et al., 2013] génèrent des microstructures par méthode RSA puis réarrangent les fibres afin de pouvoir rajouter des fibres dans des espaces vacants. On peut également citer les travaux de Sonon et al. [Sonon et al., 2012] qui à l'aide d'une fonction permettant de minimiser le rejet des positions potentielles d'une particule peuvent générer des microstructures très denses. Ainsi, ils parviennent à obtenir des VER possédant plus de 300 inclusions dont le taux atteint 71% en volume.

La seconde approche qui existe afin d'obtenir un modèle de microstructure consiste à numériser une microstructure réelle issue d'observations microscopiques. C'est cette approche que nous avons choisie. En effet reproduire une microstructure réelle permet d'obtenir des microstructures réalistes. D'autres auteurs se tournent eux aussi vers cette méthode [Hojo et al., 2009].

Reproduction d'une microstructure

Les images MEB des coupes transverses du matériau composite qui sont numérisées sont analysées à l'aide du logiciel Matlab®. L'analyse d'images se décompose en différentes étapes. Dans un premier temps, il faut binariser l'image, c'est-à-dire transformer une image composée de niveaux de gris en une image en noir et blanc. Afin de réaliser cette étape avec succès, une bonne préparation de la surface est conseillée : coupe du matériau bien perpendiculaire aux fibres, polissage uniforme, métallisation fine ce



(a) (b) (c)

FIG. 6.2: (a) Image MEB non traitée. (b) Image numérique de la microstructure. (c) Partitionnement par triangle de Delauney.

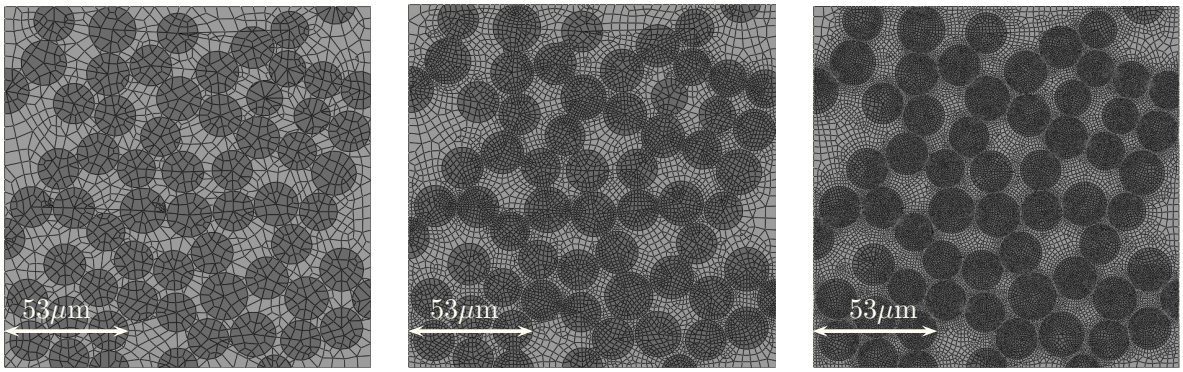
qui permet un niveau de gris uniforme sur toutes les fibres. Ensuite vient l'étape de segmentation qui consiste à bien séparer les fibres les unes des autres. En effet, comme le montre l'image MEB représentée sur la figure 6.2(a), les fibres sont très rapprochées les unes des autres. Même si au premier abord, les fibres semblent se toucher, une observation fine montre que la matrice est bien présente entre les fibres. Pour bien séparer chacune des fibres, un algorithme "*watershed*" est appliqué. Issu de la morphologie mathématique, cet algorithme considère une image à niveau de gris comme un relief topographique, dont on simule l'inondation. Les sources d'eau sont placées sur les régions à minima de niveau de gris. Chacune des zones s'inonde alors et le "débordement" indique des frontières entre niveau de gris. Cette notion fut introduite par Beucher et al. [Beucher and Lantuéjoul, 1979]. Une autre définition est proposée par Meyer [Meyer, 1994] : "*Sur un relief qui est lui-même une fonction distance, la distance topographique se réduit à la distance géodésique et la ligne de partage des eaux* (watershed) *devient le squelette par zone d'influence*". Ce sont ces frontières, ce squelette qui permettent de séparer proprement chacune des fibres.

L'étape suivante consiste alors à calculer la surface de chacune des fibres, de déterminer les coordonnées du centre des masses qui s'identifient au centre des fibres en considérant celles-ci comme étant circulaires. On peut alors estimer le rayon équivalent de chacune des fibres. A la fin de cette étape, les données morphologiques de l'image sont connues. Il ne reste plus qu'à retranscrire numériquement ces données.

Les coordonnées des centres des fibres et les rayons correspondants sont alors implémentés dans le logiciel commercial Abaqus®. La figure 6.2(b) montre les données morphologiques issues d'une image MEB retranscrite numériquement.

Obtention de divers maillages

La dernière étape consiste à mailler la cellule. Celle-ci implique de nombreuses restrictions. En effet, on souhaite modéliser la matrice par le modèle de comportement précédemment identifiée. Ainsi, il faut suffisamment d'éléments entre les fibres pour que le comportement de la matrice soit bien représenté. Ce point est primordiale. Il est de plus difficile à mettre en place. Ainsi, malgré toute l'attention que nous mettons à mailler la matrice, certaines zones extrêmement confinées ne seront maillées que par un élément dans l'épaisseur. Il faut de plus être raisonnable dans le nombre d'éléments de la cellule, le temps de calcul étant directement lié à celui-ci. Afin d'aider au processus de maillage, des triangles de Delaunay sont calculés entre les centres des fibres et permettent une segmentation de



(a) (b) (c)

FIG. 6.3: (a) Maillage très grossier (b) Première étape de raffinement. (c) Seconde étape de raffinement.

l'espace. La figure 6.2(c) montre la microstructure numérisée ségmentée par les triangles de Delaunay. La construction des éléments va suivre ces lignes de constructions. Ceci assure que les zones les plus confinées (les plus petites distances entre deux rayons) peuvent être maillées finement. La figure 6.3(a) présente le maillage grossier initial. Ce maillage est constitué d'éléments quadratiques quadrangles (principalement) et triangles (en minorité) à interpolation quadratique. Une routine de remaillage automatique est alors mise en place à l'aide du logiciel Abaqus®. La routine consiste en un calcul élastique sur la cellule. Les côtés gauche et bas de la cellule sont encastrés tandis qu'un déplacement est appliqué aux deux autres côtés. Ceci va permettre de calculer les zones à forts gradients (de contraintes par exemple). Le logiciel est alors capable de raffiner les éléments de ces zones pour mieux représenter les gradients. On peut alors réaliser différentes itérations de ce procédé, comme le montre les figures 6.3(b) et (c), jusqu'à obtenir un maillage souhaité.

Des outils sont alors disponibles pour contrôler la qualité du maillage. En effet ce type de remaillage automatique introduit souvent des éléments distordus. Ces éléments qui possèdent une taille d'un côté très supérieure aux tailles des autres côtés induisent des erreurs de calcul. Le logiciel Abaqus® possède des outils afin de trouver et quantifier ces éléments. Cette méthode est très facile à mettre en place et permet l'obtention de maillages assez fins des zones confinées. Néanmoins, la taille de maille n'est ni constante ni contrôlée. Nous verrons par la suite qu'une taille de maille non constante peut poser problème lors d'une propagation de fissure.

Maillages retenus

Deux cellules de tailles différentes ont été maillées.

Cellule de 155 μm^2

Tout d'abord, deux cellules de "grande" taille de 155 μm^2 ont été considérées.

La figure 6.4 présente cette cellule (VER) dédiée à l'étude de la variabilité de microstructure. Nous avons retenu deux dispositions microstructurales différentes du VER considéré : Le VER 1 représenté par la figure 6.4(a) et le VER 2 représenté par la figure 6.4(b). Chacun de ces VER est constitué d'environ 60 fibres et possède une variabilité microstructurale qui lui est propre. Ils ont été prélevés en deux positions différentes sur les observations MEB.

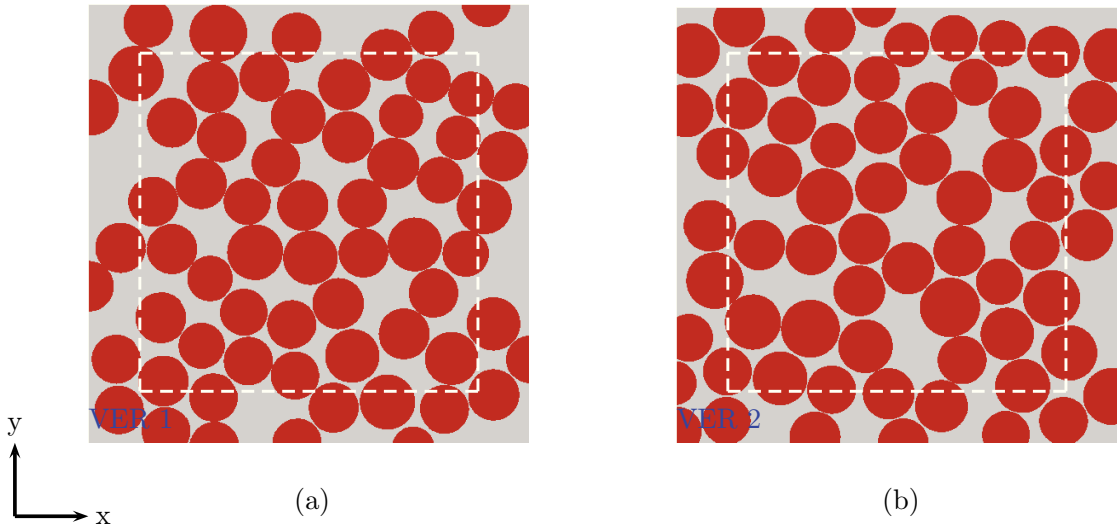


FIG. 6.4: Deux VER de taille $155\mu m^2$. La variabilité est différente entre (a) VER 1 et (b) VER 2.

Nous allons nous assurer que ces deux microstructures bien qu'imparfaits volumes élémentaires représentatifs sont tout de même de bons candidats et possèdent des caractéristiques morphologiques qui restent cohérentes par rapport aux mesures précédemment effectuées.

La fraction volumique en fibres du VER 1 est 61%. Elle est de 68.1% si nous la calculons à l'intérieur du cadre en pointillés blancs présenté sur la figure 6.4(a). Le VER 2 possède quant à lui une fraction volumique en fibre de 65%. Ici encore, le taux de fibres augmente jusqu'à 68.8% s'il est calculé dans la zone d'intérêt délimitée par les pointillés blancs. On rappelera que le taux de fibres moyen calculé sur une taille de 163 μm (taille très comparable à celle des VER) est 65.9%.

La figure 6.5 présente les autres caractéristiques statistiques des deux VER considérés. Les figures 6.5(a) et (b) présentent les densités de probabilité des diamètres des fibres de chacun des VER. Ces densités sont comparées aux données globales réalisées sur une population de 36 échantillons de taille (163×163 μm^2), données présentées dans le chapitre 3. On constate que le VER 1 possède des fibres un peu plus petites que celles du VER 2. Ces deux VER sont globalement en adéquation avec les résultats établis précédemment dans le sens où ils ne sont pas des cas extrêmes par rapport aux données statistiques accumulées. Les figures 6.5(c) et (d) présentent les densités de probabilité des distances inter-fibres des deux VER et comparent ces VER aux données globales précédemment établies. Ici encore, il y a adéquation entre les deux VER choisis et le résultat global. Enfin, les figures 6.5(e) et (f) montrent les densités de probabilité du rapport d'élancement des deux VER. Pour chacun des VER, on constate un pic de densité de probabilité situé au niveau des faibles valeurs d'élancement. On pourra noter que le pic de densité de probabilité d'élancement du VER 2 est plus important que celui du VER 1 au niveau des faibles valeurs d'élancement. Ainsi, on peut dire que la matrice est légèrement plus confinée dans le VER 2 que dans le VER 1. Le VER 1 est constitué de 187528 éléments et 371368 degrés de liberté. La taille de maille moyenne est de 0.36 μm. Le VER 2 quant à lui est constitué de 178670 éléments et 353266 degrés de liberté. La taille de maille moyenne vaut 0.37 μm.

Cellule de 93 μm^2

Une plus "petite" cellule de 93 μm^2 nous permettra d'étudier l'influence de différents paramètres (taille de maille, formulation du problème, différents types de chargements ...) Pour cela, quatres

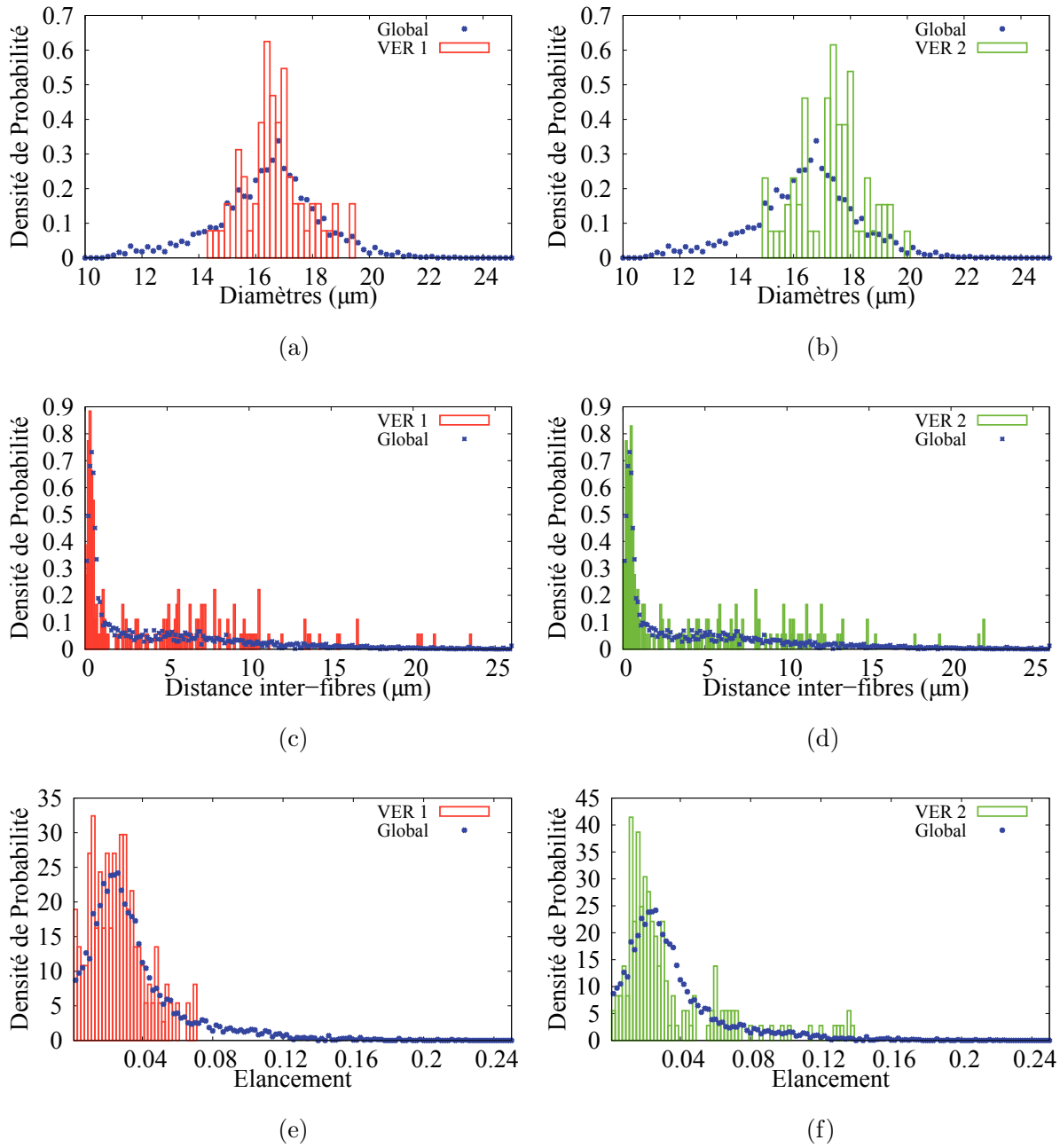


FIG. 6.5: (a) et (b) Densité de probabilité associée aux valeurs des diamètres de fibres pour les VER 1 et 2 respectivement. (c) et (d) Densité de probabilité associée aux distances inter-fibres pour les VER 1 et 2 respectivement. (e) et (f) Densité de probabilité associée à l'élancement pour les VER 1 et 2 respectivement.

maillages différents présentés sur la figure 6.6 sont considérés :

- Le maillage présenté par la figure 6.6(a) est un maillage grossier de la microstructure. On se réfèrera au maillage 1 pour l'identifier. Le maillage 1 est constitué de 2871 éléments et 5702 degrés de liberté. La taille de maille moyenne est 1.73 μm. Ce maillage possède 1.57% d'éléments qui atteignent les limites des critères de qualité choisis. Ici encore, la plus petite dimension de ces

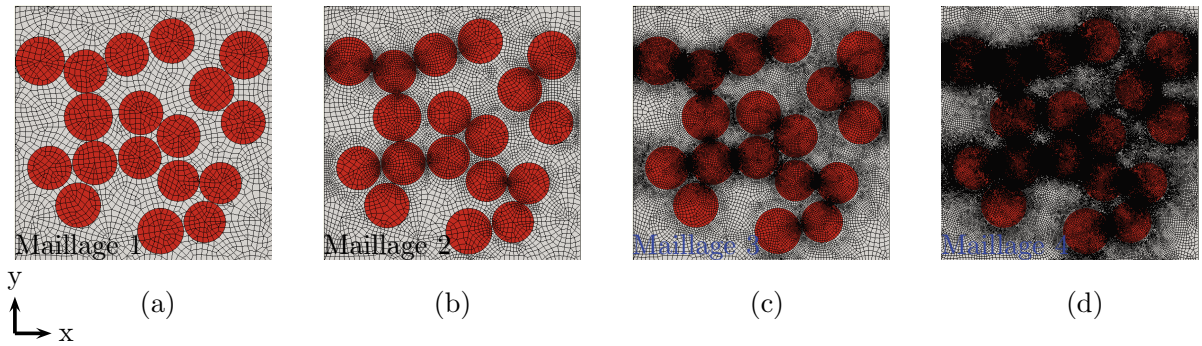


FIG. 6.6: Petite microstructure de taille $93\mu m^2$. (a) Maillage grossier 1. (b) Maillage intermédiaire 2. (c) Maillage fin 3. (d) Maillage très fin 4.

éléments est de l'ordre de quelques nanomètres.

- La maillage suivant présenté sur la figure 6.6(b) sera identifié par le maillage 2. Il est constitué de 10119 éléments et 20070 degrés de liberté. Il est constitué de 10119 éléments et 20070 degrés de liberté. Ainsi, la taille de maille moyenne est 0.92 μm. Le maillage 2 possède 0.62% d'éléments atteignant les limites des critères de qualité. Il est obtenu après une itération de raffinement de maillage.
- Le troisième maillage présenté sur la figure 6.6(c).C'est un maillage assez fin obtenu après deux itérations de raffinement par la méthode exposée plus haut. Il est constitué de 47225 éléments 2D et 93604 degrés de liberté. La taille de maille moyenne est de l'ordre de 0.43 μm. Il y a 0.11% d'éléments qui atteignent les limites des critères de qualité par défauts dans Abaqus®. Les plus petits éléments possèdent une taille de maille de l'ordre de grandeur de quelques nanomètres.
- Enfin, le dernier maillage de la figure 6.6(d) est le maillage le plus fin de cette étude. Ainsi, le maillage 4 est constitué de 187528 éléments et 341016 degrés de liberté. La taille de maille moyenne est de 0.35 μm. Aucun élément n'atteint les limites de critère de qualité. Ce maillage ne sera étudié que lors de la propagation de fissures dans le matériau.

Déjà on remarque un avantage de raffiner le maillage. En effet le pourcentage d'éléments distordus diminue avec chacune des étapes de raffinement. De 1.57% pour le maillage grossier, il passe à 0.11% après deux itérations de raffinement de maille. En contrepartie, le nombre de degrés de liberté augmente sensiblement ce qui provoque une augmentation du temps de calcul pour résoudre le problème.

On peut noter que nous prendrons en compte les résultats situés à une distance d'au moins 1 diamètre de fibre des bords de la cellule, comme le recommandent Wongsto et al. [Wongsto and Li, 2005], ce qui permet de valider le principe de Saint-Venant.

6.2.2 Paramètres influents sur le calcul par éléments finis

La petite cellule carrée de 93 μm de côté a été retenue pour nous permettre de réaliser des calculs de faisabilité ainsi que d'étudier l'influence de différents paramètres.

Dans cette partie, on considère cette cellule soumise à de la traction uniaxiale. Les conditions aux limites sont représentées sur la figure 6.7(a). Des conditions de symétries sont appliquées sur les bords bas et gauche de la cellule. Le bord droit est quant à lui laissé libre, tandis qu'un déplacement u_y de $10\mu m$ est appliqué sur le bord haut de la cellule. On remarquera alors que la vitesse de sollicitation est

0.6 mm/min, vitesse identique à celle étudiée expérimentalement sur des éprouvettes entaillées NT4 de polymère PA6. Les différents calculs présentés sont réalisés en 2D déformation plane.

Nous allons dans cette courte étude de cas étudier dans un premier temps la faisabilité du calcul. En effet, dans ce type de problème fortement non-linéaire, la convergence n'est pas toujours assurée. Nous verrons ensuite l'influence de la taille de maille sur la réponse globale de la cellule mais aussi sur la réponse locale.

Tous les calculs sur microstructures présentés dans ce chapitre ont été réalisés à l'aide d'un cluster de calcul. Chaque calcul est lancé sur un nœud contenant 4 processeurs à 8 cœurs (32 cœurs au total). Chacun des nœuds possède 256 Go de mémoire. La tableau 6.1 présente, à titre indicatif, les temps de calcul nécessaires aux principales simulations réalisées.

Microstructure	Maillage 1	Maillage 2	Maillage 3	Maillage 4	VER 1	VER 2
DOF	5702	20070	93604	341016	371368	353266
Temps	37min	3h 54min	1j 21h 30min	37j 11h 22min	4j 5h 41min	3j 17h 19min

Tab. 6.1: Temps de calcul pour chacune des simulations. La puissance de calcul étant identique. Hypothèses de petites déformations avec réactualisation du maillage.

Lois de comportement et formulation du problème EF

Le comportement des fibres de verre est supposé élastique linéaire isotrope. Le module d'Young est fixé à $E_f = 74$ GPa et le coefficient de Poisson $\nu_f = 0.2$ d'après la littérature [Canal et al., 2012].

On modélise le comportement de la matrice par le modèle de comportement précédemment identifiée pour le PA6.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 5, cette loi de comportement est implémentée pour une formulation en grandes comme en petites déformations. Néanmoins elle a été élaborée pour des valeurs des triaxialité des contraintes τ_σ assez faibles (entre 0.33 pour la traction lisse et 1.5 pour NT045). Nous verrons que notre modèle sera ici poussé vers ses limites à cause de zones à très forts taux de triaxialité.

Nous allons donc dans un premier temps envisager trois formulations différentes du même problème EF :

- La formulation en grandes déformations. C'est celle sur laquelle le modèle de comportement a été identifiée. Elle a l'avantage d'être une formulation robuste, et permet de prendre en compte les phénomènes de fortes déformations des polymères. Néanmoins, cette méthode induit des temps de calcul assez long.
- La formulation en petites déformations / petits déplacements. C'est une hypothèse lourde que de considérer la déformation d'un polymère comme petite. Les temps de calcul sont plus courts par rapport à la formulation précédente.
- La formulation en petites déformations / grands déplacements avec réactualisation du maillage. La formulation est presque identique à celle précédente. Néanmoins la réactualisation du maillage permet un calcul de la matrice jacobienne de la transformation de l'espace de référence vers l'espace réel de chaque élément à chaque itération du problème ce qui n'est pas le cas dans la formulation des petites perturbations. Ceci permet une meilleure description des intégrations spatiales (volumes, surfaces, lignes) [Besson et al., 2001].

Nous rappelons le maillage utilisé sur la figure 6.7(a) tandis que la figure 6.7(b) présente les réponses mécaniques globales des différentes formulations. Ces résultats sont obtenus en calculant la force résultante sur le bord bas de la cellule. On trace alors la contrainte nominale F^{2D}/L_0 avec F^{2D} l'effort résultant par unité d'épaisseur et L_0 la taille de la cellule, en fonction de la déformation nominale $\Delta L/L_0$ avec ΔL le déplacement appliqué.

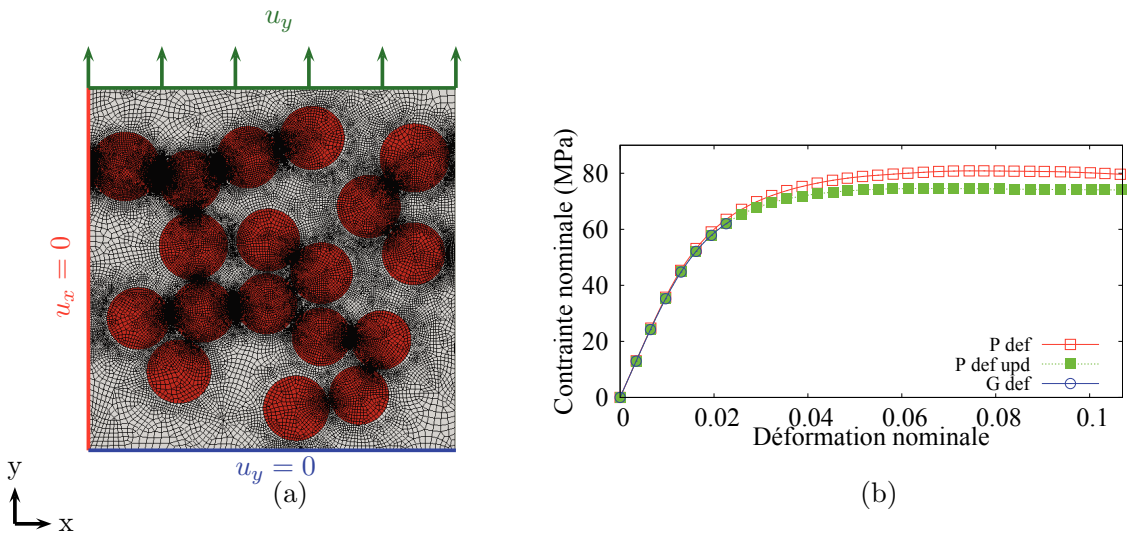


FIG. 6.7: (a) Maillage considéré et conditions aux limites. (b) Contraintes nominales résultantes en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacune des formulations.

On constate tout d'abord que le calcul en formulation de grandes déformations (noté G def) n'aboutit pas. En effet, le calcul diverge aux environs de 20% de la déformation nominale appliquée. A l'inverse les formulations en petites perturbations (P def) et petites perturbations avec réactualisation du maillage (P def upd) ont pu être menées jusqu'à la fin. On remarque tout de même une différence entre ces deux formulations. La courbe contrainte nominale en fonction de la déformation nominale appliquée pour la formulation avec maillage réactualisé est adoucie par rapport à l'autre formulation en petites perturbations. On constate également que les résultats en petites perturbations avec réactualisation sont plus proches des résultats en grandes déformations sur les derniers pas de temps calculés. Ainsi, nous allons opter pour la formulation en petites déformations avec réactualisation.

Le fait que certains éléments soient distordus couplés à des taux de triaxialité des contraintes très importants atteints pendant le calcul (nous le verrons par la suite) peut expliquer pourquoi la formulation en grandes déformations ne converge pas. En effet, ces phénomènes peuvent amener des problèmes de "sablier" sur les éléments, ce qui bloque la résolution en grandes déformations.

Influence de la taille de maille

Avec la même petite cellule on procède à l'influence de la taille de maille sur différents paramètres mécaniques, aussi bien globaux que locaux. Les conditions aux limites sont identiques et présentées sur la figure 6.7(a). On applique un déplacement $u_y = 10$ μm sur la face haut de la cellule (la vitesse de sollicitation est de 0.6 mm/min). On utilise la formulation des éléments en hypothèse des petites perturbations avec réactualisation du maillage. Les calculs sont réalisés en 2D déformations planes. Les fibres ont le même comportement linéaire isotrope élastique défini précédemment. La matrice possède le comportement élasto-visco plastique endommageable établi pour le PA6.

Sur les variables globales (observables macroscopiques)

La figure 6.8(a) présente les courbes de contrainte nominale en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacun des maillages précédents. On remarque que les trois courbes représentant le résultat de chacun des maillages sont superposées. Ainsi sollicité en traction uniaxiale, le comportement de la cellule composite ressemble à l'allure des courbes établies sur des éprouvettes entaillées NT4 en

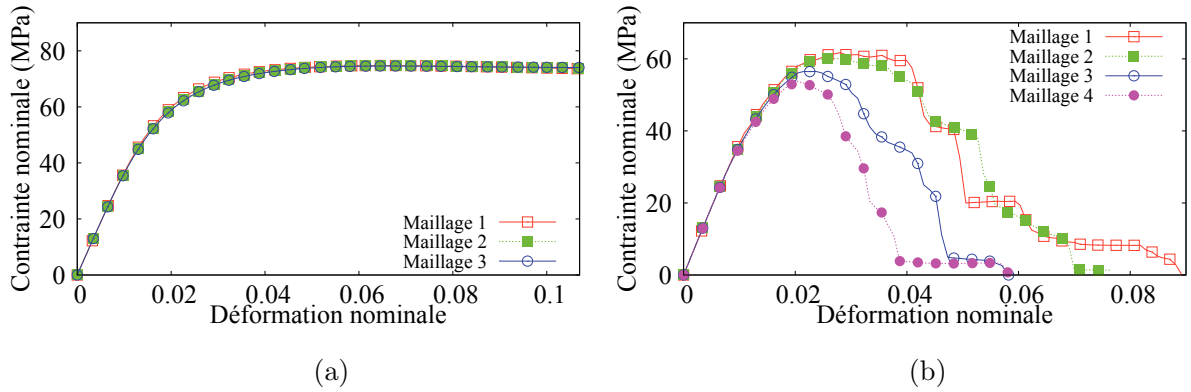


FIG. 6.8: Contraintes nominales résultantes sur la microstructure en fonction de la déformation nominale appliquée sur chacun des maillages. (a) Sans propagation de fissures. (b) Avec propagation de fissures.

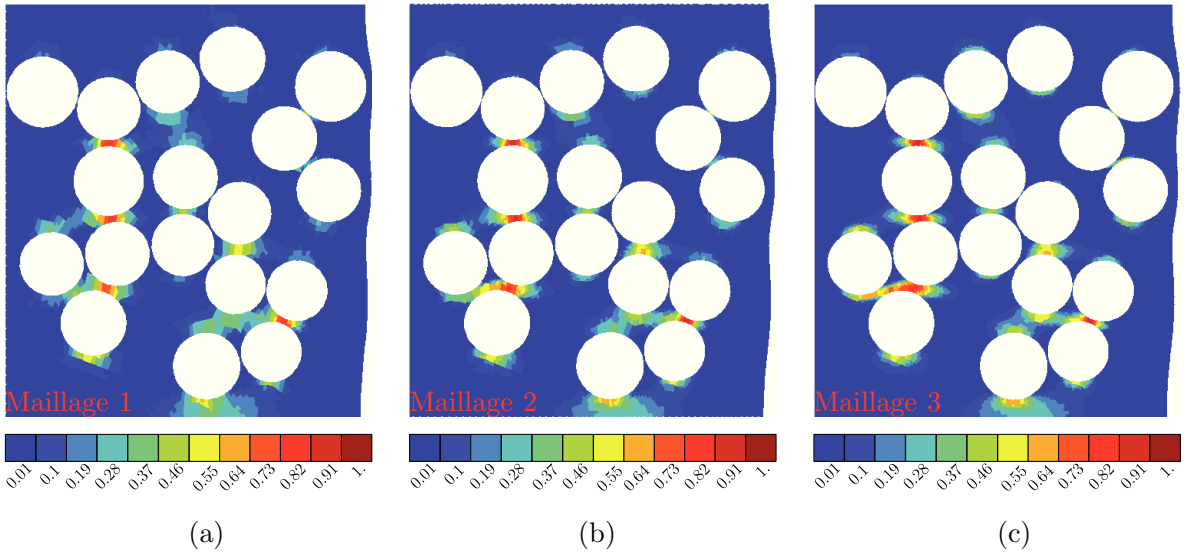


FIG. 6.9: Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des maillages déformés. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3.

polymère PA6 massif sollicitées à la même vitesse (0.6 mm/min) présentées sur la figure 5.18(c). Il y a tout de même une différence sur la pente du plateau, après le passage de la contrainte nominale maximale. On remarque qu'il y a ici très peu d'influence de la taille de maille sur le comportement mécanique de la cellule.

Sur les variables locales : taux de porosité et taux de triaxialité

La figure 6.9 présente l'état local de la microstructure simulée en fin de calcul. Cette figure présente plus précisément les isovaleurs de taux de porosité numériques à la fin du calcul sur chacun des maillages. Les trois figures 6.9(a), (b) et (c) présentent les taux de porosité calculées respectivement sur les maillages 1, 2 et 3 déformés. On remarquera que le maillage n'apparaît pas sur les figures ce

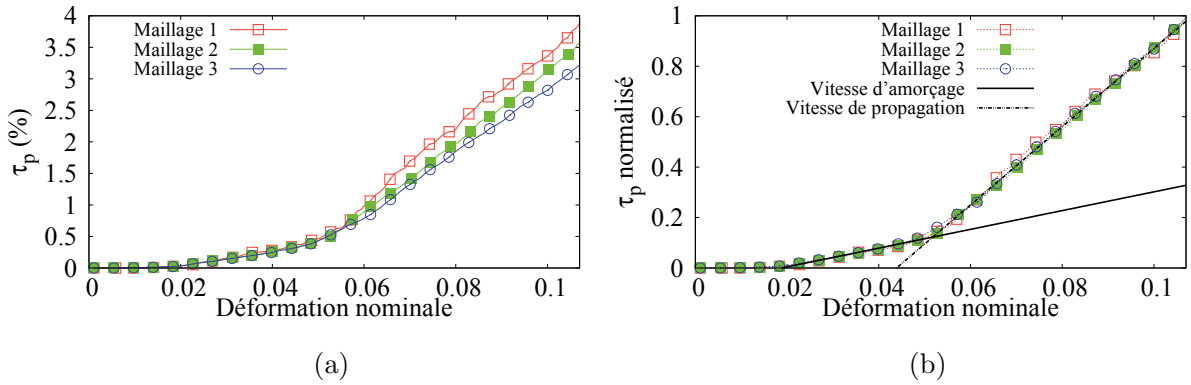


FIG. 6.10: (a) Fraction surfacique d'éléments qui atteignent un endommagement $p = 20\%$ en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacun des maillage 1, 2 et 3. (b) Fraction surfacique normalisée pour un endommagement $p = 20\%$ en fonction de la déformation nominale appliquée. Deux phases sont identifiées : la phase d'amorçage et la phase de propagation de la fissure.

qui permet une meilleure visibilité des résultats. L'endommagement semble s'initier aux pôles [1] des fibres, dans les zones où la matrice est extrêmement confinée due à une grande proximité des fibres. L'endommagement semble ensuite se propager perpendiculairement à la direction des sollicitations appliquées.

Nous introduisons ici la fraction surfacique d'éléments rompus comme la somme des surfaces d'éléments dont les points d'intégration ont atteint la valeur de porosité critique p_c (choisie ici à 20 % mais justifiée par la suite) divisée par l'aire totale du VER en 2D.

La figure 6.10(a) présente cette fraction surfacique d'éléments qui atteignent un endommagement de 20% en fonction de la déformation appliquée sur chacun des maillages 1, 2 et 3.

Il apparaît ici une différence du taux surfacique d'éléments endommagés en fonction de la taille de maille. Ceci s'explique par le fait que la description géographique de l'endommagement est plus précise sur un maillage fin que sur un maillage grossier. C'est donc logiquement que la fraction surfacique d'éléments endommagés diminue avec la taille de maille. Afin de s'affranchir de ce phénomène, on peut normaliser par la fraction surfacique d'endommagement supérieure à 20% maximale calculée en fin de simulation.

Ainsi la figure 6.10(b) présente la valeur de la fraction surfacique normalisée d'endommagement supérieure à 20% pour les trois maillages envisagés. On remarque que les courbes sont ici confondues. Ces courbes peuvent s'identifier à la vitesse d'endommagement de la cellule en fonction de la déformation nominale appliquée. On constate que c'est un phénomène à deux vitesses. En effet, la première partie de la courbe peut correspondre à une vitesse d'amorçage de l'endommagement, elle est caractérisée par une faible pente. On constate ensuite à partir d'une déformation d'environ 0.05 appliquée une augmentation de la pente. La fraction surfacique endommagée augmente alors plus rapidement. Cette seconde partie de la courbe peut s'apparenter à une propagation de l'endommagement. On remarquera qu'il existe une valeur de déformation nominale seuil de l'amorçage de l'endommagement. Cette valeur représente environ 2% de déformation.

La figure 6.11 présente des cartes d'isovaleurs du calcul du taux de triaxialité des contraintes τ_σ

[1] On se réfère ici à "pôle" d'après l'orientation classique Nord / Sud, soit haut / bas. De même, on se réfère à "équateur" pour une orientation Est / Ouest, soit droite / gauche.

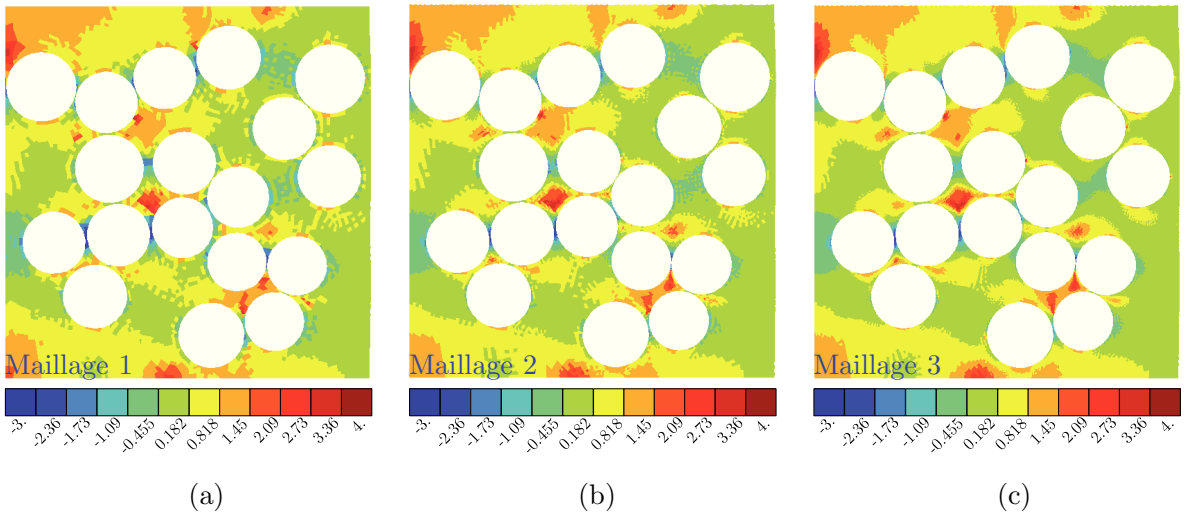


FIG. 6.11: Carte d'isovaleurs du calcul du taux de triaxialité des contraintes dans la matrice pour chacun des maillages déformés. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3

réalisées à 20% de la déformation maximale appliquée pour chacun des maillages. On se situe alors au début de la phase d'amorçage. Cette figure est à comparer avec les isovaleurs d'endommagement calculées sur la figure 6.9. On constate qu'il y a une grande hétérogénéité de la multiaxialité des contraintes au sein de la matrice. En effet il existe des zones où la triaxialité est très fortement négative ($\tau_\sigma \simeq -3$). Ce sont des zones à fortes contraintes de compression hydrostatique. Ces zones sont ici localisées au niveau des équateurs des fibres, là où la matrice est fortement confinée. Elles sont orientées parallèlement aux sollicitations appliquées. A l'inverse il y a des zones à forte triaxialité ($\tau_\sigma \simeq 4$) ce qui correspond à des zones à fortes contraintes de traction hydrostatique. On constate que les zones endommagées correspondent aux zones à forte triaxialité, là où la matrice est la plus confinée.

On peut alors déterminer l'influence de la taille de maille. En effet plus la taille de maille est petite, plus il est possible de localiser des mécanismes de déformation et d'endommagement. A l'inverse, une taille de maille trop grossière ne permet pas une bonne localisation des phénomènes. De plus, il n'y a bien souvent qu'un ou deux éléments entre deux fibres proches l'une de l'autre pour les maillages 1 et 2. L'avantage d'un maillage plus fin réside aussi dans un nombre plus important d'éléments dans les zones les plus confinées.

Propagation de fissures

Nous introduisons ici un mécanisme de propagation de fissures. Le modèle endommageable développé pour la matrice PA6 est idéal pour l'introduction d'un critère de rupture des éléments par une valeur critique d'endommagement. C'est la méthode la plus simple à mettre en place afin de casser des éléments et de faire propager des fissures. On fixe tout d'abord une porosité critique $p_c = 20\%$. Lorsque la moitié des points d'intégration d'un élément atteint cette valeur, on considère alors l'élément comme rompu. Le comportement de l'élément est alors remplacé par un comportement linéaire élastique isotrope avec une rigidité très faible. Ainsi l'impact de l'élément sur les réponses mécaniques est négligeable.

Les deux paramètres que nous évoquons ici sont interdépendants, à savoir la porosité critique p_c à partir de laquelle les éléments rompent et la taille moyenne des éléments. En effet, il est bien connu

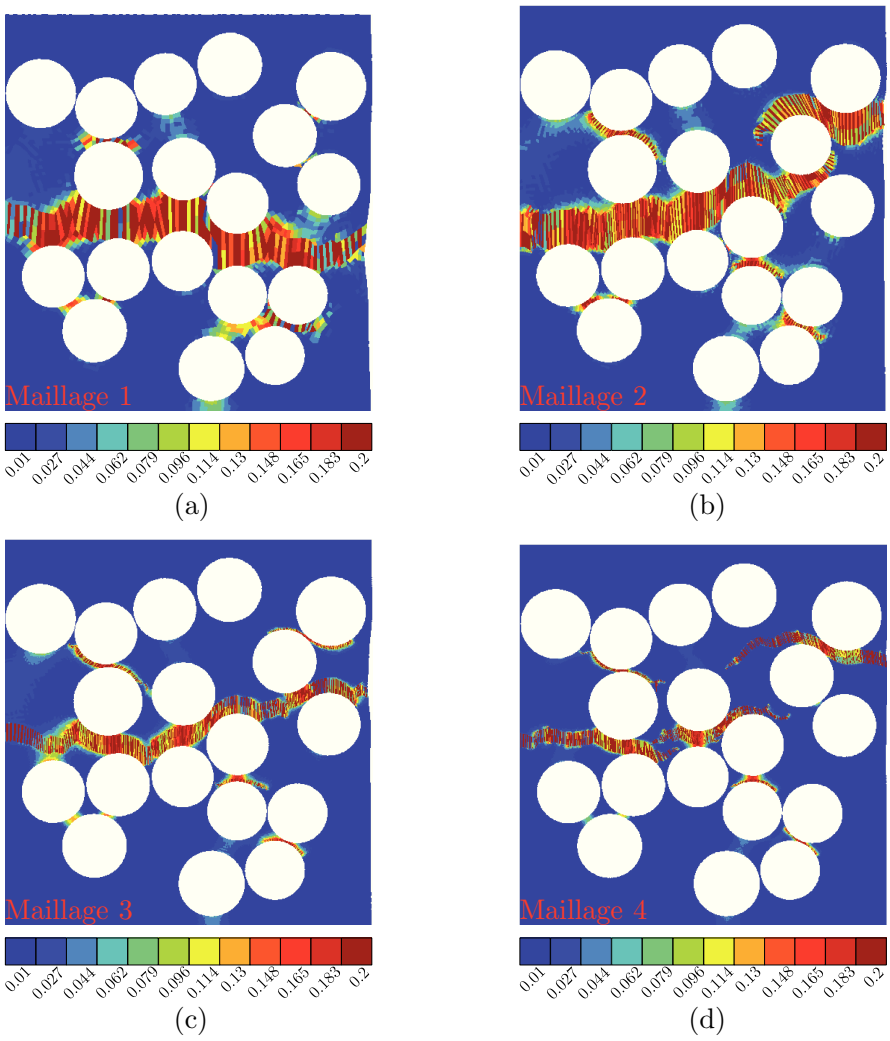


FIG. 6.12: (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des maillages déformés avec propagation de fissures. (a) Maillage 1. (b) Maillage 2. (c) Maillage 3. (d) Maillage 4.

que la propagation de fissure dépend de la taille de maille. On pourra se référer utilement aux travaux de thèse de Tanguy [Tanguy, 2001] qui étudient en détails l'influence de la taille de maille sur la vitesse de propagation d'une fissure. Il s'agit alors de trouver un compromis entre ces deux paramètres. Ayant ici fixé p_c à 20% nous allons chercher une taille de maille moyenne cohérente avec les données expérimentales de propagation de fissures sur éprouvettes CT.

On effectue alors les mêmes calculs que précédemment en rajoutant le critère de rupture des éléments afin de faire propager des fissures. La figure 6.8(b) présente les contraintes nominales en fonction de la déformation nominale appliquée sur la cellule pour chacun des maillages 1, 2, 3 et 4. On constate tout d'abord que les courbes sont bien différentes que celle présentées sur la figure 6.8(a). On remarque que la propagation de fissure provoque un fort abaissement de la contrainte nominale.

Il apparaît ici l'influence de la taille de maille sur la réponse mécanique de la cellule. En effet, une

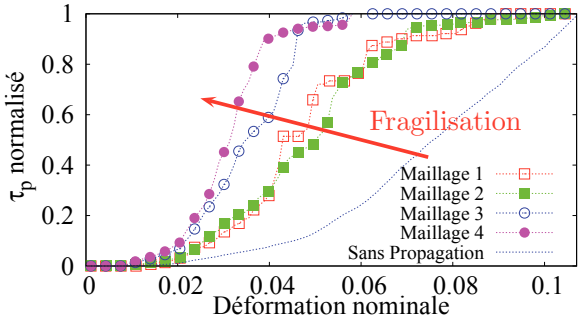


FIG. 6.13: Fraction surfacique d'éléments rompus normalisée en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacun des maillages 1, 2, 3 et 4.

taille de maille plus petite a un double effet sur les courbes de contrainte / déformation :

- Un effet d'adoucissement de la contrainte nominale résultante en fonction de la déformation nominale appliquée (la contrainte nominale maximale atteinte est plus faible).
- Une "fragilisation" : plus la taille de maille est petite, plus la fissure se propage rapidement à iso-déformation imposée. Cette fragilisation produit deux effets : la déformation nominale associée au début de chute de la contrainte diminue ; la vitesse de la fissuration, liée à la pente de la partie de la courbe qui chute augmente.

Pour les maillages 1 et 2, on constate que la fissure s'amorce pour une déformation nominale appliquée d'environ 0.04. Tandis que pour les maillages 3 et 4, l'amorçage semble se réaliser pour une déformation plus faible, aux alentours de 0.02. C'est une influence connue de la taille de maille lors d'une propagation de fissure, il est plus "facile" de casser des petits éléments que des plus gros [Tanguy, 2001].

La figure 6.12 présente les cartes d'isovaleurs du taux de porosité pour chacun des maillages lorsque la fissure est traversante. Les éléments rompus ont été supprimés de la visualisation afin de pouvoir observer les chemins des fissures. On constate clairement qu'à l'échelle locale, la taille de maille influe sur le chemin de propagation des fissures. L'effet est plus perceptible ici que sur l'amorçage traité plus haut.

En conclusion, il y a clairement une influence de la taille de maille sur le comportement mécanique de la cellule d'une part et sur le cheminement local des fissures d'autre part. Afin de trouver une cohérence sur la propagation de fissure, il faut adapter la taille de maille au critère de rupture des éléments p_c en se servant de données expérimentales.

La figure 6.13 présente la fraction surfacique d'éléments rompus, éléments ayant atteint la porosité critique p_c en fonction de la déformation nominale appliquée pour chacune des tailles de maille moyenne. En comparaison, le résultat sans propagation de fissure de la figure 6.10(b) est ici reporté. On constate une fois de plus que l'ajout de la propagation de fissure fragilise le comportement à rupture du matériau. On remarque que plus la taille de maille moyenne diminue plus on fragilise le comportement à rupture de matériau. On imagine qu'un maillage extrêmement fin va conduire à un type de rupture par "mort-subite" de la cellule, c'est-à-dire une propagation de fissure quasi immédiate après l'amorçage de l'endommagement. A l'inverse, la courbe présentant les résultats sans propagation de fissure sont probablement proche d'un comportement à rupture plus progressive.

Ainsi le choix de la taille de maille est déterminant pour modéliser le comportement à rupture du matériau. A l'aide de ces résultats, on peut déterminer la déformation nominale maximale appliquée qui permet à la fissure d'être traversante du maillage étudié. La déformation appliquée ensuite ne fait qu'écarter les bords de la fissure. Le maillage 1 caractérisé par une taille de maille moyenne de 1.73 μm est totalement rompu pour une déformation appliquée de 0.09. Le maillage 2 qui possède une taille de maille moyenne de 0.92 μm est quant à lui rompu aux alentours d'une déformation de 0.08 appliquée, bien que la fissure ne soit pas totalement traversante à cause du chemin particulier de fissuration. Le maillage suivant, le maillage 3 caractérisé par une taille de maille moyenne de 0.43 μm possède une fissure traversante à partir d'une déformation de 0.06 appliquée. Enfin, le dernier maillage (maillage 4) qui possède une taille de maille moyenne de 0.35 μm est rompus pour une déformation nominale appliquée de 0.04 environ.

Ainsi, chacune des cellules, associée à sa taille de maille moyenne possède une fissure complètement traversante pour différentes déformations à rupture appliquées.

Afin de sélectionner une taille de maille moyenne cohérente avec le critère de rupture choisi, nous allons nous référer à l'étude effectuée sur l'essai de propagation de fissure sur éprouvette CT. En effet, le volume étudié étant éloigné du fond d'entaille, la sollicitation qu'il subit peut être supposée comme de la traction. On rappelle un résultat important du chapitre 4 suivant : **le phénomène de fissuration totale d'une cellule de taille** (95×70) μ**m**^{2} **a lieu aux alentours d'une déformation locale de** 0.04. Avec le critère de rupture $p_c = 20\%$ choisi, on peut alors choisir une taille de maille moyenne comprise entre 0.43 μm et 0.35 μm.

Ces différentes études de cas sur cellule en traction nous ont permis d'introduire un critère de rupture dans le modèle numérique. La dépendance des phénomènes de ruptures par rapport à la taille de maille a été étudiée. Le critère de rupture a été calibré à l'aide des observations de propagation de fissures réalisées en laminographie aux rayons X qui ont permis d'identifier une taille de maille adéquate permettant de modéliser la cinétique de rupture qui a été observée. Le modèle capture parfaitement l'orientation des fissures par rapport aux sollicitations de traction.

Effet du chargement : compression uniaxiale

Avec tous les paramètres fixés aux valeurs précédentes, nous analysons la réponse de la petite cellule sous sollicitation de type compression uniaxiale. Le maillage utilisé est le maillage 2, le calcul est réalisé en 2D déformation plane et en formulation de petites perturbations avec réactualisation du maillage. Les conditions aux limites sont identiques à celles appliquées au cas de la cellule en traction (figure 6.7(a)). Néanmoins, le déplacement u_y appliqué sur le bord haut de la cellule est ici un déplacement de compression.

La figure 6.14 présente les différents résultats obtenus. La figure 6.14(a) montre les isovaleurs de multiaxialité des contraintes τ_σ calculées à 20% du déplacement maximal de compression appliqué (soit 2 μm). Ici encore on peut constater une hétérogénéité des valeurs de la triaxialité. En effet, il y a alternances de zones à fortes valeurs négatives de triaxialité (zones fortement sollicitées en compression) avec des zones ou la triaxialité calculée est positive (zones sollicitées en traction). Ces zones fortement sollicitées en traction sont plutôt situées dans les régions équatoriales aux fibres, dans les zones où la matrice est fortement confinée. Les zones à forte triaxialité négative sont situées au niveau des régions polaires des fibres, là où encore, la matrice est fortement confinée. Si on compare cette figure à la figure 6.11(c) qui présente les isovaleurs du taux de triaxialité calculées à 20% d'un déplacement maximal en traction appliqué, on constate que zones de traction et zones de compression sont interchangées. Les isovaleurs calculées en compression est le "négatif" de celles calculées en traction.

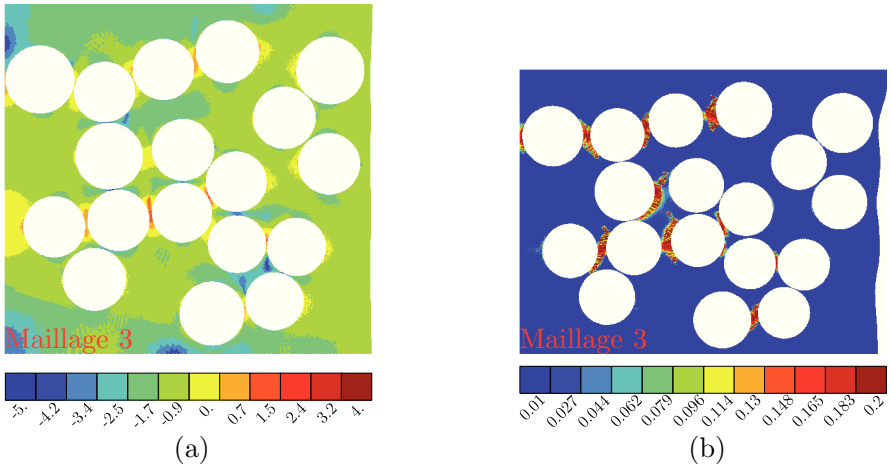


FIG. 6.14: (a) Carte d'isovaleurs du calcul de la triaxialité des contraintes dans la matrice déformée. (b) Carte d'isovaleurs de l'endommagement calculé dans la matrice déformée.

La figure 6.14(b) présente l'endommagement calculé en fin de simulation sur la cellule en compression. On constate, que l'endommagement dépasse la porosité critique dans les régions confinées à fortes triaxialités positives. Contrairement au cas de la cellule en traction, les fissures s'orientent parallèlement à l'axe de chargement, ce qui coïncide avec les observations de tomographie réalisées en compression diamétrale.

Bien que soumise à une sollicitation uniaxiale de compression ou de traction, la microstructure composite, de par l'effet du confinement de la matrice va développer une hétérogénéité de contrainte, de déformation et de triaxialité importante. Le confinement provoque donc toujours des zones de compression et des zones de traction et ce, quel que soit le chargement appliqué. Ce résultat est très important, car même pour une cellule chargée sous compression uniaxiale, la matrice confinée peut atteindre la porosité critique. De plus, le modèle capture fidèlement l'orientation de la propagation des fissures dans la microstructure en fonction du chargement appliqué. Nous estimons avoir réuni toutes les conditions de calcul permettant de simuler l'essai de compression diamétrale.

6.3 Modélisation à deux échelles de l'essai de compression diamétrale

Dans cette partie, nous réalisons une modélisation de l'essai de compression diamétrale. Comme il y a deux échelles, cette modélisation basée sur la localisation (macro → micro ou de type *"top down" en anglais*) est réalisée en deux étapes :

- Première étape : à l'échelle macroscopique. Cette étape est constituée d'un premier calcul qui vise à reproduire le comportement macroscopique global du jonc composite soumis aux sollicitations de compression diamétrale. On utilise pour cela une loi de comportement phénoménologique, la plus simple possible mais qui prend en compte la déformation plastique du matériau. Ceci nous permet d'obtenir un champ de contrainte cohérent dans le matériau et surtout de localiser l'endroit critique (point chaud) de la structure macroscopique.

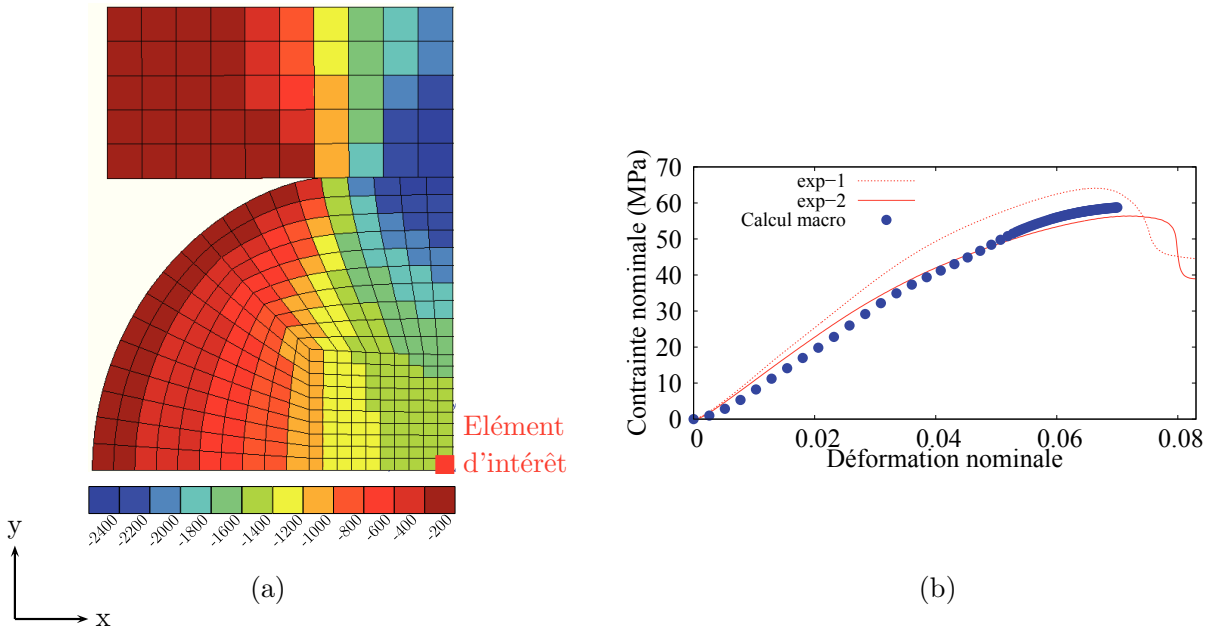


FIG. 6.15: (a) Carte d'isovaleurs des contraintes de compression σ_y. (b) Courbe de compression diamétrale. Déplacement appliqué en fonction de la force résultante. Comparaison des courbes expérimentales et numérique.

– Seconde étape : à l'échelle de la microstructure. On réalise alors une simulation d'un VER soumis au champ de contraintes à l'endroit critique établi lors de la simulation à l'échelle macroscopique. On peut alors suivre l'évolution de la déformation et de l'endommagement dans la matrice. On analyse comme précédemment s'il y a amorçage et propagation de fissures dans la microstructure, jusqu'à ce que celles-ci soient traversantes.

Par la suite, nous étudierons l'influence des macro-pores sur les phénomènes de déformation et d'endommagement des microstructures.

6.3.1 Calcul à l'échelle macroscopique

Nous utilisons ici le modèle 2D en déformation plane développé dans le chapitre précédent (cf. chapitre 4). Afin de modéliser le comportement macroscopique du jonc composite, nous utilisons un modèle élasto-plastique. Celui-ci est constitué d'un critère de Mises et d'un écrouissage isotrope. Les coefficients ont été déterminés par identification inverse à l'aide des courbes expérimentales des essais de compression diamétrale. Ainsi, des itérations successives sont réalisées jusqu'à ce que courbes simulées et expérimentales coïncident. Ce modèle n'est utilisé qu'afin de calculer un champ de contrainte homogène et réaliste au centre du jonc. C'est en effet la partie centrale du jonc qui nous intéresse ici. En effet, les nombreuses observations par tomographie aux rayons X ont montré que la fissure part du centre du jonc et se propage dans la direction des sollicitations de compression.

La figure 6.15(a) présente une carte d'isovaleurs des contraintes de compression σ_y sur le jonc composite. Le maillage de la partie centrale est contrôlé. La taille de maille vaut 155 μm de côté. L'élément le plus central du jonc est ici l'élément d'intérêt. Il est représenté par un carré rouge.

La figure 6.15(b) compare la courbe d'essai de compression diamétrale simulée avec deux courbes de compression diamétrale expérimentales. On constate une bonne adéquation entre courbes simulées et courbes expérimentales. La simulation est arrêtée au voisinage du maximum des contraintes no-

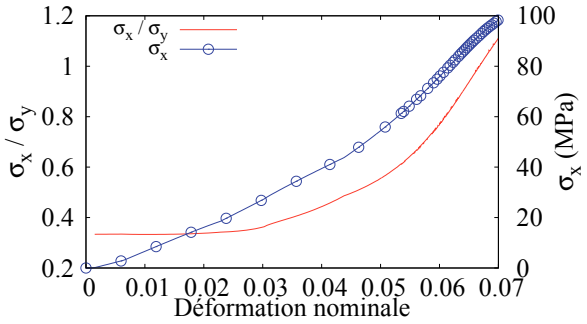


FIG. 6.16: Rapport des contraintes de traction σ_x sur les contraintes en compression σ_y sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale. Contraintes de traction σ_x sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale.

minales, soit pour une déformation nominale appliquée de 0.07. En effet, il a été montré à l'aide des images tomographiques réalisées sur les éprouvettes des essais interrompus que la propagation à cœur du matériau a déjà eu lieu.

Nous allons alors récupérer les contraintes de compression σ_y ainsi que les contraintes de traction σ_x qui s'appliquent sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation appliquée.

La figure 6.16 présente le rapport des contraintes de traction sur les contraintes de compression (en valeurs absolues) sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée ϵ_{macr} sur le jonc. Cette courbe est très intéressante et montre que jusqu'à une déformation nominale macroscopique de 0.025 appliquée, les contraintes de compression sont prépondérantes face à celles de traction. Néanmoins cette tendance va progressivement diminuer jusqu'à ce que contraintes de compression et de traction soient à l'équilibre aux alentours d'une déformation appliquée de 0.065. Ce graphe montre bien que l'essai de compression diamétrale est un essai multiaxial. Cette figure présente également les contraintes de traction σ_x qui s'appliquent sur l'élément d'intérêt en fonction du chargement macroscopique appliqué sur le jonc composite.

L'historique des contraintes de traction et de compression calculées sur l'élément d'intérêt de 155 μm de côté lors de la simulation à l'échelle macroscopique de l'essai de compression diamétrale seront appliquées au VER de 155 μm de côté choisi.

6.3.2 Calcul à l'échelle de la microstructure

Présentation du VER

Dans le chapitre 3, une étude est réalisée afin de déterminer un VER morphologique du matériau composite PA6FV. Cette analyse s'est portée sur trois tailles de VER différentes : 82 μm, 163 μm et 326 μm de côté. Nous avons étudié le taux de fibres, la distribution des diamètres de fibres, la distance inter-fibres et l'élancement sur 36 individus de chacune des tailles. Les résultats ont montré que la taille de 326 μm représente au mieux la microstructure du matériau composite. Néanmoins cette taille est très imposante surtout face à la finesse de maillage que nous mettons ici en place. Réaliser des calculs avec des lois de comportement fortement non-linéaires demande de grandes ressources informatiques. C'est donc finalement plus le temps de calcul qui sera ici le facteur limitant la taille de microstructure

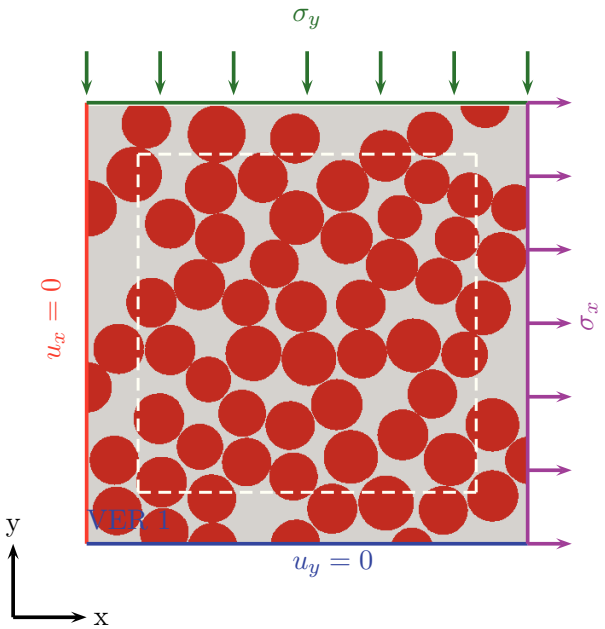


FIG. 6.17: VER 1 de taille $155\mu m^2$. Conditions aux limites.

modélisée.

Les VER "choisis" ont déjà été présentés à la figure 6.4 que nous avons reproduite ici. Rappelons qu'ils se présentent sous deux microstructures différentes, chacune prélevée en deux positions différentes sur les observations MEB. Il a été mentionné que ces microstructures numérisées étaient de bons candidats pour représenter la morphologie du matériau composite de l'étude. Afin de vérifier le principe de Saint-Venant, nous nous intéresserons plus particulièrement aux résultats situés dans les zones d'intérêts délimités par un cadre blanc (figure 6.4). Ce cadre est espacé de 16.5 μm (soit deux fois le rayon moyen d'une fibre) de chacun des bords du VER.

On réalise alors un calcul à l'échelle microscopique sur les deux VER précédemment présentés. Les conditions aux limites sont présentées sur la figure 6.17. Une condition de symétrie suivant l'axe x est appliquée sur le bord bas de la cellule. Une condition de symétrie suivant y est appliqué sur le bord gauche. Les contraintes de compression σ_y et de traction σ_x calculées sur l'élément d'intérêt lors de la simulation du comportement macroscopique du jonc composite sont appliquées sur les bords haut et droite respectivement. Le calcul est ici encore réalisé en 2D déformations planes, avec formulation en petites perturbations et réactualisation du maillage.

Isovaleurs

La figure 6.18 présente l'endommagement et la propagation des fissures calculés dans les VER pour différentes déformations nominales macroscopiques ϵ_{macr} appliquées, associées au rapport de contraintes σ_x/σ_y via la figure 6.16. Les figures 6.18(a) et (d) présentent l'endommagement calculé pour chacun des VER 1 et 2 pour une déformation nominale macroscopique ϵ_{macr} appliquée de 0.03. On constate que l'endommagement se développe dans les régions équatoriales des fibres là où la matrice est très confinée. Les zones où l'endommagement local atteint 20% (0.2 sur la légende) sont les zones d'armoçage des fissures. Les éléments constituants ces zones sont alors déjà considérés comme cassés.

Les figures 6.18(b) et (e) montrent l'endommagement calculé pour chacun des VER 1 et 2 pour une déformation macroscopique ϵ_{macr} appliquée de 0.05. On remarque que les fissures se sont un peu propagées par rapport à la déformation appliquée précédente. On peut comparer ces isovaleurs

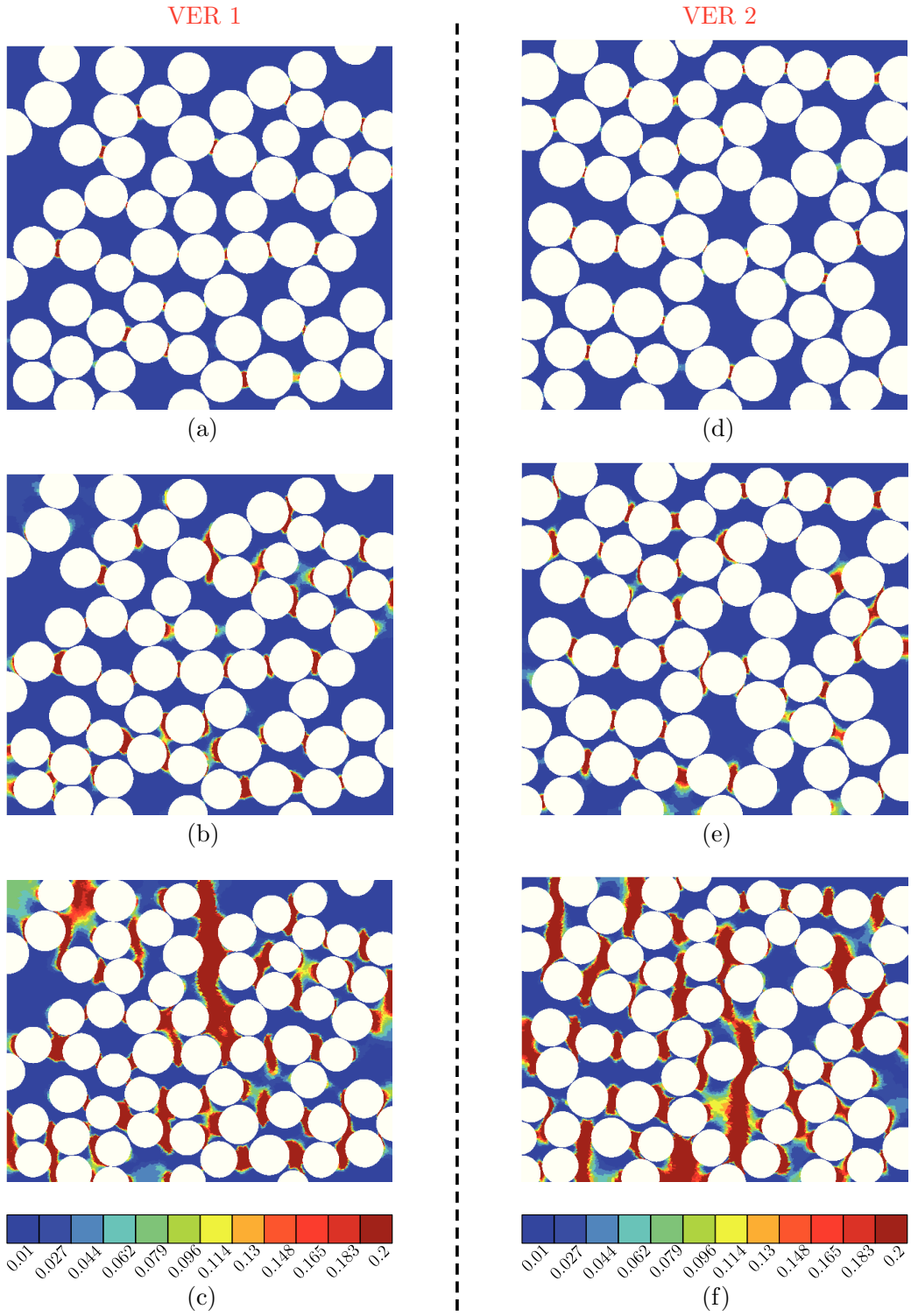


FIG. 6.18: (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des VER déformés avec propagation de fissures. (a) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.03$. (b) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.05$. (c) VER 1, $\epsilon_{macr} = 0.07$. (d) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.03$. (e) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.05$. (f) VER 2, $\epsilon_{macr} = 0.07$.

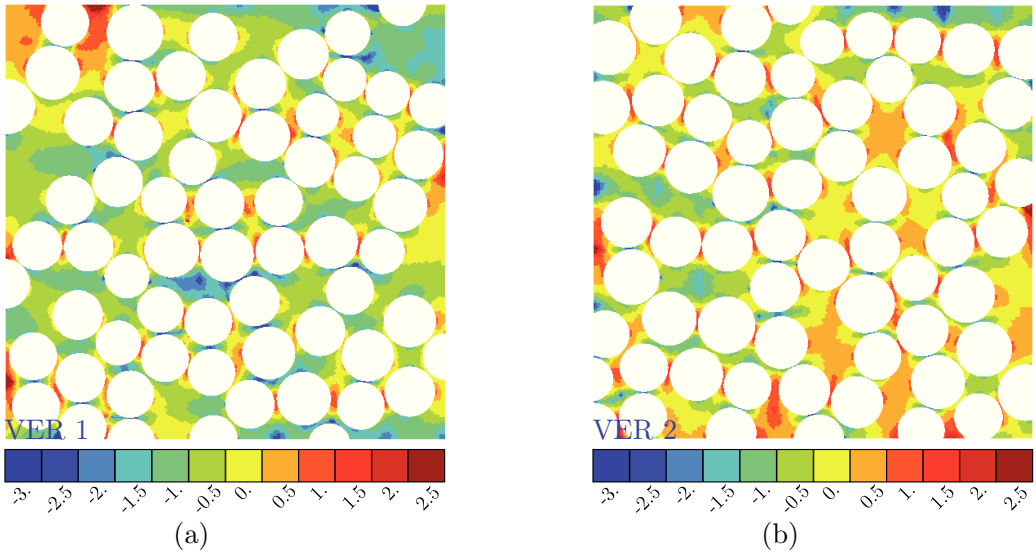


FIG. 6.19: (a) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de triaxialité dans la matrice pour chacun des VER 1 et 2 pour une déformation macroscopique appliquée de 0.02.

d'endommagement calculées avec les figures 6.19(a) et (b) qui présentent les isovaleurs de la triaxialité des contraintes calculées pour une déformation macroscopique ϵ_{macr} de 0.02 appliquée. En effet, comme pour les calculs réalisés sur les plus petites cellules on remarque une hétérogénéité de la triaxialité des contraintes τ_σ calculée. Il y a alors une alternance de zones à triaxialité très fortement négative (zones soumises à de fortes contraintes de compression) avec des zones à triaxialité positive (zones principalement sollicitées en traction). On remarque que l'hétérogénéité de triaxialité est ici comparable à celle calculée sur la petite cellule en compression. En effet, les zones sollicitées en compression (triaxialité négative) se situent dans les régions polaires des fibres, où la matrice est confinée. A l'inverse, les zones sollicitées en traction (triaxialité positive) se situent dans les régions équatoriales des fibres, et principalement là où la matrice est confinée par la proximité des fibres. Ainsi, les zones endommagées qui amorcent les fissures correspondent aux zones où la matrice est très confinée et subit une forte traction hydrostatique. Elles possèdent une forte triaxialité des contraintes positive.

Il est de plus intéressant de constater que pour une déformation nominale macroscopique appliquée de 0.05, les zones fissurées sont assez petites. La plus longue fissure est ici toujours inférieure à deux fois la longueur du diamètre moyen des fibres. Ce résultats est cohérent avec les essais de compression diamétrale interrompus analysés par tomographie aux rayons X. En effet, l'échantillon interrompu pour une déformation nominale macroscopique appliquée de 0.05 ne présente pas de fissures détectable (à la résolution utilisé par la tomographie).

Les figures 6.18(c) et (f) présentent l'endommagement calculé pour chacun des VER 1 et 2 pour une déformation nominale macroscopique ϵ_{macr} appliquée de 0.07. On constate que dans les deux VER des fissures se sont propagées. On observe bien ici une multi-fissurations. Sur chacun des VER, une fissure principale possède une longueur qui représente plus de la moitié de la hauteur de la cellule. C'est ici l'apparition de la macro-fissure. On constate que l'orientation des fissures est parallèle à la direction des contraintes de compression appliquées. Cette orientation des fissures est cohérente avec les fissures observées par tomographie sur les joncs endommagés.

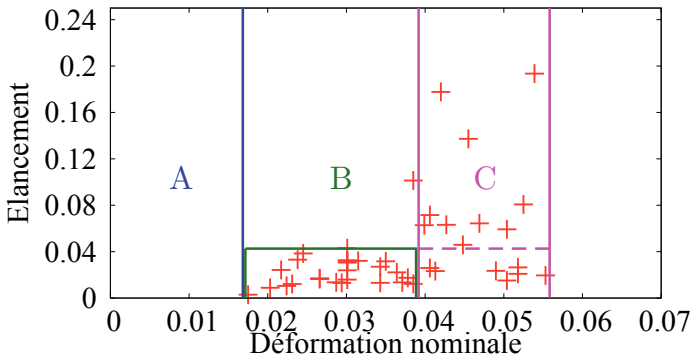


FIG. 6.20: Elancement des zones endommagées en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée. Résultats pour le VER 1.

Taux d'élancement critique et amorçage de fissure

Nous avons vu que les isovaleurs précedentes montrent des taux de porosité importants dans les zones confinées de matrice. Dans cette section, nous nous proposons de déterminer des valeurs critiques reliant le confinement (élancement) et la déformation macroscopique appliquée afin de définir un concept d'amorçage de fissure. Pour cela la figure 6.20 illustre pour le VER 1, le taux d'élancement *initial* des éléments atteignant la porosité critique p_c en fonction de la déformation nominale macroscopique imposée. Pour éclaircir la procédure, nous détaillons l'obtention du premier point de cette courbe. Lorsque le VER 1 est chargé pour un état de contrainte biaxial correspondant à la déformation macroscopique appliquée au jonc de 0.017, le tout premier élément atteignant la porosité critique $p_c = 0.2$ est localisé. En revenant aux données statistiques de la microstructure observée, on relève le taux initial d'élancement de cet élément : il est de 0.003. A l'incrément de chargement suivant, on reporte sur la courbe le deuxième point correspondant au deuxième élément rompu sans reprendre en compte les éléments autour du premier élément rompu. Et ainsi de suite ...

Le diagramme de la figure 6.20 est subdivisé en 3 domaines :

- Domaine A : c'est le plan correspondant à $0 \leq \epsilon_{macr} \leq 0.017$. Il correspond au domaine de non amorçage de fissure pour la microstructure considérée, quel que soit le taux d'élancement.
- Domaine B : le plan défini par $0.017 \leq \epsilon_{macr} \leq 0.04$ et $elc \leq 0.04$. Un grand nombre de zones confinées vont atteindre la porosité critique p_c et amorcer ainsi un endommagement. Comme indiqué, ces zones possèdent toutes un élancement initial inférieur à 0.04. Nous appellerons cette valeur d'élancement elc_s, l'élancement seuil, sur lequel nous reviendrons puisque c'est une notion d'une importance capitale pour le fabricant. Pour l'utilisateur, on peut dire que sous la déformation de 0.04, il y a amorçage de fissure dans les endroits confinés de la microstructure sans que cela soit critique pour la tenue mécanique de la structure. A noter cependant que cette déformation est très faible, justifiant ainsi l'hypothèse de petites déformations utilisée. Un dimensionnement utilisant cette déformation est forcément pessimiste ou sécurisant (*conservative* en anglais), voire trop pessimiste.
- Domaine C : pour lequel $\epsilon_{macr} \geq 0.04$. Deux groupes de points nous intéressent :
  - Partie basse, $elc \leq 0.04$: constitués par des éléments rompus mais dont l'élancement initial est inférieur à l'élancement critique, seulement le plan principal de la matrice confinée n'est pas orienté perpendiculairement à la contrainte d'ouverture ;

– Partie haute, $elc \geq 0.04$: le taux d'élancement initial de ces éléments n'était pas critique mais comme l'amplification locale de la contrainte due aux éléments rompus augmente, la porosité critique y est atteint. On peut dire alors qu'il s'agit d'amorçage essentiellement dû à la propagation de fissure dans les éléments précédemment endommagés.

Nous nous sommes arrêtés à une déformation macroscopique $\epsilon_{macr} = 0.055$ pour cette analyse locale.

Comme mentionné précédemment, la figure 6.20 détient une information capitale obtenue dans le cadre de ce travail de thèse, en particulier pour la mise en œuvre. Reprenons la définition de l'élancement :

$$elc = \frac{d_{if}/2}{r_f} \tag{6.10}$$

avec d_{if} la distance inter-fibres et r_f le rayon d'une fibre. On considère maintenant que r_f est la valeur moyenne du rayon des fibres dans le composite. On a alors $d_{if} = elc \times \mu_d$ avec μ_d valeur moyenne de la distribution des diamètres de fibres. On prend $\mu_d = 16.5$ μm. On peut alors estimer la distance seuil d_s à partir de laquelle l'élancement vaut elc_s. On trouve alors d_s environ égal à 0.7 μm. Cette distance inter-fibres théorique et critique peut être utilisée de la manière suivante pour la mise en œuvre. Si le fabricant de matériau composite est capable de mettre une distance d'au moins 0.7 μm entre chacune des fibres parallèlement orientées, il peut alors considérablement retarder l'amorçage de fissures transverses dans le composite. En effet, d'après la figure 6.20, l'amorçage des fissures débutant initialement pour une déformation nominale macroscopique appliquée de 0.017 passe à environ 0.04 pour une sollicitation de type compression diamétrale. C'est un gain considérable de 135% sur la valeur de la déformée nominale macroscopiquement appliquée.

Cette étude locale de l'endommagement a permis de déterminer des valeurs critiques et de définir des notions "d'amorçage" à partir de ces valeurs critiques. On a esquissé une notion de "propagation" dans le domaine C de la figure 6.20. Nous allons remonter d'une échelle, celle du VER, pour exploiter des variables moyennées facilement manipulables à partir des résultats du calcul par éléments finis.

Evolution du taux surfacique d'éléments rompus en fonction du chargement

La figure 6.21 présente la fraction surfacique d'éléments rompus τ_p (%) en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée pour chacun des VER 1 et 2. Rappelons qu'il s'agit de la somme des surfaces d'éléments dont les points d'intégration ont atteint la valeur de porosité critique p_c divisée par l'aire totale du VER en 2D (voir figure 6.18).

Remarquons que cette variable moyenne à l'échelle du VER l'endommagement local éparpillé dans différentes zones selon les valeurs de l'élancement initial.

On constate (figure 6.21) que la fraction surfacique d'éléments rompus est nulle jusqu'à environ 0.025 de déformation appliquée. On passe ensuite dans une phase que nous qualifierons d'amorçage des fissures, à cette échelle d'analyse ou plutôt selon la sensibilité de cet indicateur qu'est τ_p. En effet, on assiste à une augmentation légère mais régulière de la surface rompue jusqu'à une déformation appliquée d'environ 0.056. Cette phase cumule l'augmentation du nombre d'éléments atteignant p_c (plutôt en majorité) et la propagation des fissures initiées dans l'incrément précédent (plutôt en minorité).

Vient ensuite une accélération de l'endommagement, une accélération du taux surfacique d'éléments rompus : c'est la phase de propagation des fissures, où on estime que la contribution de la germination de l'endommagement est plus faible que celle de la propagation proprement dite des fissures initiées. On constate que les courbes représentant chacun des VER sont confondues jusqu'à la

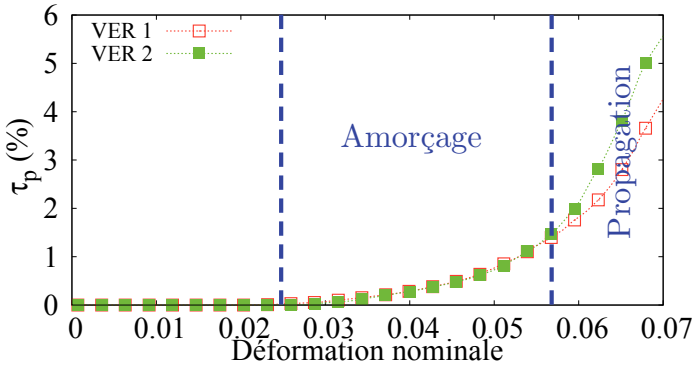


FIG. 6.21: Fraction surfacique d'éléments rompus en fonction du déplacement macroscopique appliqué pour chacun des VER 1 et 2.

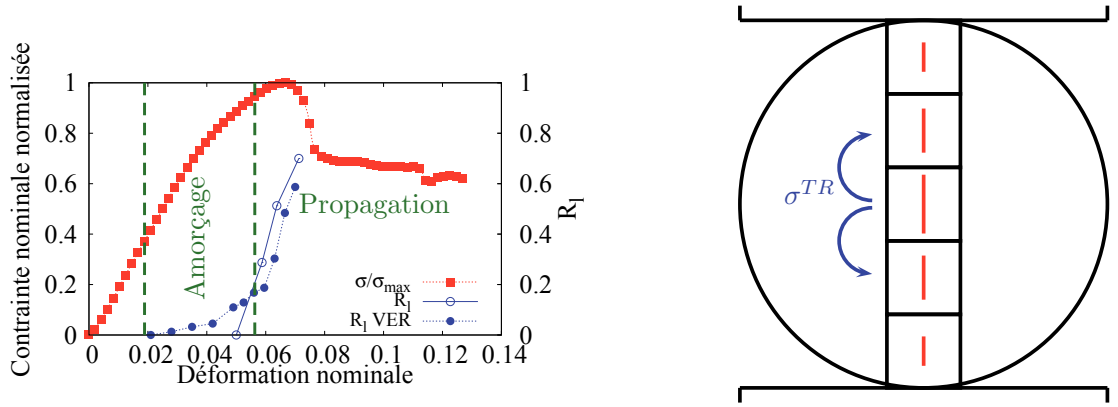
phase de propagation. On peut en conclure que la taille de VER choisi est pertinente pour rendre compte du phénomène d'amorçage des fissures dans le matériau composite. Cependant ces résultats montrent que la phase de propagation est influencée par la variabilité de la morphologie microstructurale environnante.

La figure 6.21 montre que les déformations macroscopiques correspondant à l'amorçage et à la propagation sont reportées à des valeurs plus élevées en comparaison avec celles de la figure 6.20. Ceci provient du fait que τ_p est une variable plus "globale" que *elc*. τ_p a cependant l'avantage d'être plus aisément manipulable numériquement donc automatisable dans un code de calcul, même si ceci apporte une diminution du pessimisme en termes de dimensionnement.

Cette étude locale de l'endommagement a été l'occasion de préciser les concepts "d'amorçage" et de "propagation". On remarque alors que la phase dite d'amorçage inclut évidemment des phénomènes de propagation localisées dans les zones confinées. De même que la phase de propagation caractérisée par une forte augmentation de τ_p n'est pas totalement dépourvue d'amorçage de fissures dans des zones où l'élancement est plus important. Ainsi, amorçage et propagation sont des phénomènes qui prennent place l'un après l'autre dans les zones les plus confinées, les zones où l'élancement est le plus faible. Dès que l'amorçage a lieu, une propagation locale de l'endommagement se met en place. La phase dite de "propagation" correspond à la coalescence rapide des zones endommagées.

Correspondance entre l'endommagement simulé au niveau du VER et du jonc

Nous avons ensuite cherché à relier l'évolution de l'endommagement calculé dans le VER 1 à celui mesuré à l'aide de la tomographie sur les joncs composites. En effet, le VER 1 endommagé représenté sur l'image 6.18(c) possède une fissure principale centrale. La longueur de cette fissure l^{VER} a été mesurée en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée. La figure 6.22(a) montre ainsi la contrainte nominale normalisée par la contrainte nominale maximale, le rapport $R_l = L_t/D_0$ de la longueur de la fissure dans le jonc composite en fonction de la déformation nominale. Ces courbes sont issues des résultats obtenus dans le chapitre 4. On reporte dans ce graphique les bornes des phases d'amorçage et de propagation précédemment identifiées. Ainsi, on remarque que la non-linéarité de la courbe avant la chute de contrainte nominale est liée à l'amorçage et la propagation de fissures dans la



(a) (b)

FIG. 6.22: (a) Contrainte nominale normalisée, R_l du jonc et R_l du VER en fonction de la déformation nominale. (b) Schéma de principe reliant R_l du jonc et R_l du VER.

microstructure. Les non-linéarités semblent alors être principalement liées à une variation irréversible de volume et non à la plasticité.

On définit le rapport R_l^{VER} de longueur de la fissure principale dans le VER 1 :

$$R_l^{VER} = \frac{l^{VER}}{L} \tag{6.11}$$

avec L la longueur du côté du VER (155 μm). On constate alors que la cinétique de propagation de la fissure principale dans le VER est identique à la cinétique de propagation de la macro-fissure dans le jonc composite.

Le schéma 6.22(b) représente la zone centrale du jonc composite qui subit la fissuration comme étant constituée d'un empilement de VER. Chaque VER qui s'endommage va perdre en résistance mécanique et va ainsi réaliser un transfert de charge, un transfert des contraintes σ^{TR} aux VER adjacents. Ceux-ci sont alors plus sollicités, s'endommagent et transfèrent des charges à leurs tours aux VER environnants. Dans une première approche on peut considérer que les VER sont rapidement tous chargés de manière identique et s'endommagent sensiblement de la même façon.

On peut alors, dans une première approche, estimer la propagation de la fissure à l'échelle macroscopique en étudiant la propagation des fissures présentes à l'échelle microscopique dans le VER.

Ce calcul macro-micro permet de valider la démarche scientifique qui a été mise en place. Le premier calcul permet de modéliser le comportement macroscopique du jonc composite soumis à la compression diamétrale. L'utilisation d'une loi de comportement élasto-plastique permet de calculer un champ de contrainte cohérent par rapport au matériau composite. Le calcul réalisé en imposant les contraintes calculées macroscopiquement sur la microstructure permet de bien modéliser une première phase d'amorçage des fissures et une phase de propagation. La cinétique d'amorçage / propagation modélisée est cohérente avec les observations tomographiques réalisées. On rappellera qu'ici n'est considéré que la croissance et la coalescence des micro-porosités et des plus petites des macro-porosités. Néanmoins, nous avons pu observer la présence de macro-porosités de tailles conséquentes. Nous pouvons à l'aide de ce modèle étudier l'influence de ces macro-porosités sur la cinétique d'amorçage et de propagation des fissures.

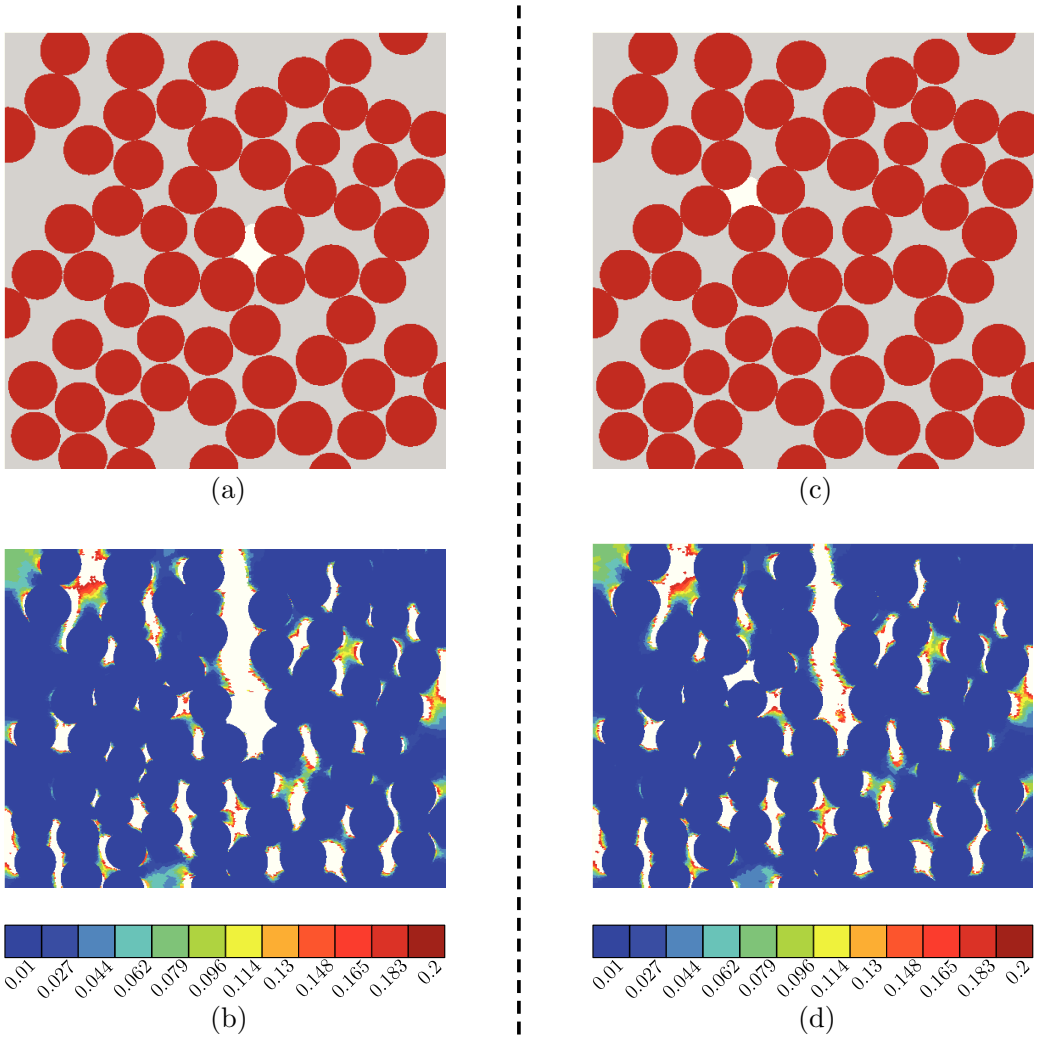


FIG. 6.23: (a) et (c) VER 1 avec un taux de macro-pores de 0.4%. Le pore est disposé à des emplacements différents. (b) et (d) Cartes d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour chacun des VER déformés avec propagation de fissures pour les cas (a) et (c) respectivement ($\epsilon_{macr} = 0.07$).

Influence des macropores

Dans cette partie, nous étudions l'influence de la présence de macro-pores qui s'ajoutent au micro-pores sur la cinétique d'amorçage et de propagation des fissures dans la microstructure du matériau composite. La macro-porosité a été quantifiée à l'aide d'analyses de clichés de tomographie dans le chapitre 3. Ainsi, nous avons mesuré la macro-porosité en peau du matériau (estimée à 0.4%) et au cœur du jonc (environ 2.2%). Nous allons ici étudier ces deux cas extrêmes.

Les figures 6.23(a) et (c) présentent les microstructures étudiées avec 0.4% de macro-porosité. Ces microstructures sont issues du VER 1 auquel des éléments ont été supprimés afin d'inclure les macro-pores. On pourra remarquer que la forme de ces pores est cohérente avec celle observée par MEB sur les coupes transverses réalisées (cf. figure 3.4). On se réfèrera à la microstructure présentée par la figure 6.23(a) par TROU-04 et la microstructure montrée sur la figure 6.23(c) par TROU-04-V2. Nous avons choisi d'étudier deux microstructures différentes pour étudier l'influence de la localisation

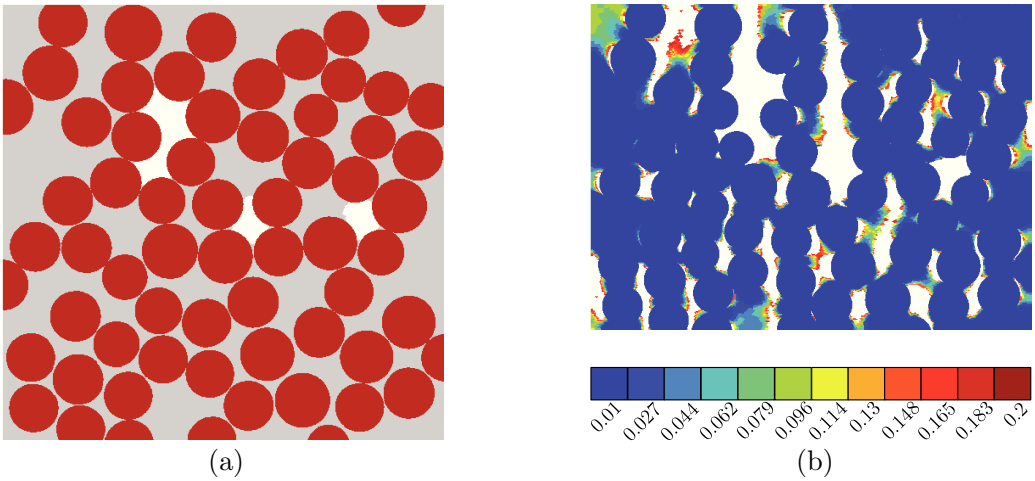


FIG. 6.24: (a) VER 1 avec un taux de macro-pores de 2.1%. (b) Carte d'isovaleurs du calcul du taux de porosité dans la matrice pour le VER déformé avec propagation de fissures ($\epsilon_{macr} = 0.07$).

des macro-pores sur l'amorçage et la propagation des fissures transverses. Ainsi, le pore présenté sur la microstructure TROU-04 se situe sur le chemin de la fissure principale qui se développe sur le VER 1. Au contraire, la porosité de la microstructure TROU-04-V2 se situe dans une zone où peu d'endommagement est développé dans le cas du calcul sur VER 1. Les figures 6.23(b) et (c) présentent les cartes d'isovaleurs d'endommagement calculées pour une déformation nominale macroscopique ϵ_{macr} appliquée de 0.07 pour les microstructures TROU-04 et TROU-04-V2 respectivement. Sur ces figures, les éléments rompus ont été volontairement retirés. On remarque qu'il y a très peu de différences entre les deux cartes d'isovaleurs. Néanmoins, la fissure principale de la microstructure TROU-04 est plus ouverte que celle de TROU-04-V2. Le pore situé loin de la fissure principale sur la microstructure TROU-04-V2 influence peu l'endommagement local environnant. En comparant ces cartes d'isovaleurs avec celle du VER 1 sain (fig. 6.18(c)) on constante qu'une macro-porosité de 0.4% a peu d'influence sur le chemin local de la fissure d'une part, et sur l'endommagement global dans le VER d'autre part.

La figure 6.24(a) illustre une microstructure présentant 2.1% de macro-pores. La carte d'isovaleurs d'endommagement calculées sur cette microstructure pour une déformation nominale macroscopique ϵ_{macr} appliquée de 0.07 est montrée sur la figure 6.24(b). Ici encore, les éléments considérés comme cassés (ayant atteint le seuil de porosité critique) sont retirés de la visualisation. On constate alors la présence de deux principales fissures transverses. La première est identique à celle développée dans le VER 1 sain. Celle-ci apparaît moins ouverte. La seconde fissure s'appuie sur la plus grosse des macro-porosités introduites. Ainsi, on constate ici une grande influence de la macro-porosité sur la fissuration transverse de la cellule.

Afin d'identifier l'influence de la macro-porosité sur la cinétique d'amorçage et de propagation de l'endommagement, nous étudions ici encore la fraction surfacique d'éléments rompus τ_p. La figure 6.25 présente τ_p pour les différents cas de macro-porosité étudiés et reprend également les résultats du VER 1 sain. On constate alors que la cinétique d'amorçage et de propagation des microstructures ayant 0.4% de macro-porosité est très similaire à celle du VER sain. En effet, les courbes τ_p en fonction de la déformation macroscopique appliquée sont assimilables. Au contraire, on constate que la microstructure possédant 2.1% de macro-pore a une cinétique différente. En effet, on remarque que la vitesse d'endommagement est plus importante à partir d'une déformation macroscopique appliquée de 0.045 environ. Ainsi, il semble que la microstructure est fragilisée par les macro-pores, la propagation a lieu pour une déformation macroscopique appliquée plus faible que pour une microstructure saine.

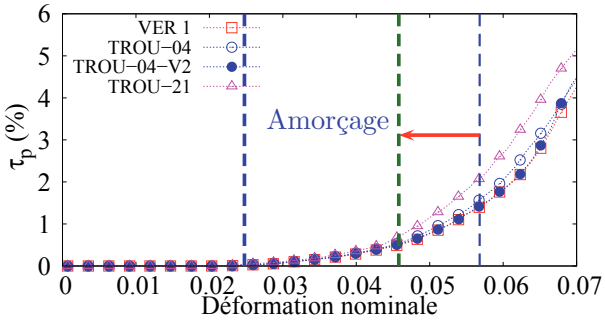


FIG. 6.25: Fraction surfacique d'éléments rompus en fonction de la déformation macroscopique appliquée pour chacun des VER 1 et 2.

La frontière amorçage / propagation se trouve décalée vers une déformation appliquée d'environ 0.045. Il existe alors une macro-porosité seuil qui influence sensiblement l'amorçage et la propagation des fissures. Il faut néanmoins que ces macro-pores soient bien placés dans la microstructure.

Pour conclure, nous avons ici considéré l'influence des macro-pores sur l'endommagement calculé dans un VER. Il a été montré que la présence des macro-pores fragilisent la cellule ce qui accélère la propagation des fissures transverses.

6.4 Conclusions

La première partie consacrée à la mécanique d'un milieu homogène confinée permet de mieux appréhender les problèmes abordés lorsque l'on s'interroge sur le comportement mécanique de la matrice confinée.

La seconde partie présente le modèle de microstructure mis en place au cours de cette thèse. Les maillages obtenue en reproduisant la microstructure réelle sont présentés.

Une cellule de 93 μm^2 est déclinée avec différentes tailles de maille afin d'étudier la dépendance de celles-ci sur la propagation de fissure. Ainsi, un critère de rupture des éléments cohérent avec les données expérimentales est mis en place. De plus, différents cas de chargement sont ici étudiés.

Deux maillages de 155 μm^2 possédant une variabilité microstructurale unique sont établis. Ceux-ci sont utilisé afin de modéliser le comportement du jonc composite soumis à la compression diamétrale. Une approche "macro-micro" est mise en place. Un premier modèle macroscopique permet de localiser les endroits critiques de la structure. Le second modèle microscopique utilise les contraintes du modèle précédent comme conditions aux limites sur la microstructure générée. Le comportement endommageable du polymère précédemment identifié est utilisé pour modéliser le comportement de la matrice confinée. Une étude poussée de la localisation de l'endommagement sur la miscostructure est alors réalisée. On peut alors déterminer une valeur seuil d'élancement elc_s qui est primordiale pour le fabricant. En effet, en s'assurant que l'élancement dans la microstructure du composite est suppérieur à l'élancement seuil, nous avons montré qu'il est possible de gagner 135 % sur la valeur de la déformée appliquée avant que l'amorçage de l'endommagement n'ai lieu. Ainsi, l'amélioration des propriétés transverses face à la fissuration transverse passe par une homogénéisation de la distribution spatiale des fibres. Ceci afin d'uniformiser les distances inter-fibres et ainsi augmenter l'élancement afin de réduire le facteur d'amplification des contraintes.

Enfin, l'influence des macro-pores sur la propagation des fissures a été étudié. Nous avons montré que la présence des macro-pores fragilisent la cellule accélérant ainsi les phénomènes de propagation des fissures.

Chapitre 7

Potentialités de la démarche - Applications

Ce chapitre présente une ouverture de l'approche proposée à d'autres applications. Dans un premier temps, l'ensemble des études réalisées dans cette thèse permet une estimation des pression d'amorçage des fissures pour le cas d'une canalisation composite sous pression. Ensuite, nous proposons d'adapter la démarche envisagée à différentes problématiques liées au projet CARENCO. Ainsi nous tentons de prédire l'amorçage et la propagation des fissures sur une canalisation composite lors de l'essai S4. Enfin, nous remarquerons que l'approche multi-échelle ici développée peut revisiter les principaux essais mécaniques classiques.

Sommaire

7.1 Tube renforcé par un composite sous pression interne 157
7.1.1 Champ de contrainte à l'échelle de la microstructure 157
7.1.2 Estimation des pressions d'amorçage selon l'angle d'enroulement 158
7.2 Prédiction pour des tests normatifs sur tube 159
7.2.1 Amorçage de fissure 159
7.2.2 Propagation rapide de fissure 160
7.3 Revisiter les essais classiques 160
7.4 Conclusions 161

Dans le dernier chapitre (cf. chapitre 6), la structure considérée est le jonc composite, éprouvette de laboratoire soumise à la compression diamétrale. Les symétries existant sur cette structure ont permis de la modéliser en 2D déformation plane. De ce fait, la localisation des zones critiques de la structure a été réalisée à l'aide d'un code de calcul par éléments finis. Le chargement à l'échelle macroscopique (compression diamétrale) induit une hétérogénéité aussi bien en termes de niveau de contrainte que de triaxialité des contraintes. Ainsi, la zone critique a été identifié à mi-épaisseur et mi-longueur du jonc. Le champ de contraintes à ce point est bien décrit par la simulation numérique. Il a ensuite été possible d'analyser la réponse du matériau hétérogène à l'échelle du VER. La connaissance de la microstructure représentative de ce VER a alors permis d'appliquer la démarche "macro-micro". La modélisation de l'endommagement et de la rupture, qui se base sur les mécanismes observés, utilise la porosité critique p_c ainsi qu'un élancement seuil elc_s. On remarquera que p_c vient de l'aspect chargement mécanique tandis que elc vient du matériau (défaut de mise en œuvre ou variabilité). La base de la démarche utilisée dans cette section est la transférabilité des résultats obtenus sur éprouvettes de laboratoire vers une quelconque structure industrielle. Pour cela, on suppose que les mêmes mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture précédemment observés opèrent sur cette structure.

Un composant industriel est une grosse structure tridimensionnelle, qui n'est pas souvent modélisable en 2D faute de symétrie suffisante. En effet, la structure peut contenir beaucoup d'irrégularités géométriques pouvant induire une amplification et donc un gradient de contrainte. Le cahier des charges définit le chargement mécanique à l'échelle macroscopique. On peut en distinguer deux types :

- Un chargement monotone croissant en quasi-statique ou en dynamique. Il s'agit d'un problème de dimensionnement.
- Un chargement de type fatigue (statique ou cyclique) où un paramètre de chargement est fixe (contrainte ou déformation maximale en cyclique, fluage sous contrainte constante ...) Dans ce cas, il y a une part non négligeable de la déformation visqueuse. On parlera alors de problème de "durabilité".

Dans tous les cas, le chargement à l'échelle macroscopique devrait se traduire en champ de contrainte applicable à l'échelle microscopique (localisation). Le but étant d'identifier le point de la (micro)structure le plus faillible.

Selon le caractère homogène ou hétérogène du matériau constituant la structure industrielle, 4 configurations sont à envisager :

- Le matériau est supposé homogène :
  - Il possède un champ de contrainte homogène : un calcul analytique peut suffire, *a fortiori* un calcul par éléments finis classique où il n'y aurait pas besoin de raffiner le maillage (voir chapitre 4).
  - Le champ de contrainte est hétérogène : c'est le cas par exemple des éprouvettes entaillées de PA6 le recours au calcul par éléments finis est indispensable (voir chapitre 5).
- Le matériau est hétérogène :
  - Le champ de contrainte est homogène : l'exemple de la théorie des stratifiés appartient à cette catégorie (voir chapitre 2).
  - Le champ de contrainte est hétérogène : c'est le cas que nous allons traiter. En plus d'être hétérogène, le matériau contient aussi des variabilités en termes de microstructure.

Pour aborder cette problématique, on règle l'hétérogénéité des contraintes par le calcul éléments finis. Du point de vue de la structure, l'approche la plus idéale consiste à "remplir" celle-ci par le VER de la microstructure. Cependant, le rapport entre les dimensions caractéristiques de ces deux géométries fait en sorte que cette solution est rédhibitoire au regard de la capacité actuelle de calculs. En effet, cela implique des milliards de degrés de libertés (DOF) que même les calculs intensifs actuels ne supporteraient pas. Régler l'hétérogénéité du matériau consiste alors à considérer que la densité de

probabilité de celle-ci à l'échelle microscopique est transférable à toute la structure, et ce, avec toutes les données statistiques qui y sont liées. Les possibilités qui s'offrent aux chercheurs/ingénieurs sont alors au nombre de 3 :

- On suppose que le matériau est homogène et on injecte cette densité de probabilité dans toute la structure en des endroits choisis aléatoirement [Blassiau et al., 2006b], [Blassiau et al., 2006a], [Blassiau et al., 2008], [Camara et al., 2011].
- On fabrique une microstructure digitale où on injecte des variabilités statistiques contrôlées.
- On prend le champ de contrainte homogène (mais triaxial) analytique, on l'applique sur le VER statistique de la microstructure.

C'est cette dernière approche qui a été appliquée sur le jonc en composite, c'est aussi celle qui va prévaloir par la suite.

7.1 Tube renforcé par un composite sous pression interne

Pour le problème industriel soulevé dans le projet CARENCO, la structure industrielle est représentée par une canalisation tandis que l'hétérogénéité de la microstructure est supposée être similaire à celle étudiée dans les chapitres précédents.

Dans cette problématique, nous avons recensé trois chargements d'intérêt :

- Le premier type de chargement ne sera pas traité dans ce manuscrit, c'est celui qui prévaut en cours de fonctionnement : pression maintenue (statique ou cyclique) dans le temps.
- Le second type de chargement, monotone croissant peut se décliner en deux cas précis :
  - Un choc par chute d'une masse pour attester de la sécurité de l'utilisation du tube (test S4), ce type de chargement est l'objet de la thèse de J.B Kopp [Kopp, 2013].
  - La mise sous pression interne au moment de la mise en service. C'est précisément ce cas qui sera détaillé par la suite. Nous faisons remarquer que ce chargement induit un champ de contrainte homogène mais triaxial dans l'épaisseur du tube.

Nous rappelons ici quelques aspects supplémentaires sur la problématique industrielle posée dans le premier chapitre de ce manuscrit. Le problème posé concerne la tenue mécanique d'une canalisation bi-couche (gaine polymère renforcé d'une couche de matériau composite). Une première hypothèse est ici avancée : la gaine polymère n'assure que l'étanchéité du fluide transporté. Ainsi, le matériau composite est soumis à l'ensemble des efforts appliqués à la canalisation. Le matériau composite est supposée mince et les fibres unidirectionnelles sont supposées enroulées selon une orientation d'un angle $\pm\Phi$ par rapport à l'axe principal de la canalisation. Nous n'étudions ici que le cas où les extrémités du tube sont bloquées. L'approche analytique développée dans le chapitre 2 permet d'approcher le tenseur des contraintes locales qui sollicitent le matériau composite.

7.1.1 Champ de contrainte à l'échelle de la microstructure

La figure 7.1(a) présente la canalisation composite soumise à une différence de pression (pression interne P_i et pression atmosphérique P_o). Nous nous intéressons particulièrement au matériau composite situé au niveau du rayon interne de la canalisation, matériau qui subit le plus de sollicitation. A l'aide des équations établies dans le chapitre 2, il est alors possible de calculer le tenseur des contraintes locales $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ dans le plis et ce quelle que soit l'orientation de celui-ci. On suppose ensuite que la contrainte locale σ_{11} est entièrement reprise par les fibres et influence peu la matrice polymère. Pour les chargement ici appliqués, la contrainte limite à rupture des fibres est bien supérieure à σ_{11} appliquée. Enfin, les contraintes transverses σ_{22} et σ_{33} s'appliquent sur la couche composite et donc sur sa microstructure comme le montre la figure 7.1(b). Les contraintes σ_{22} correspondent à des contraintes de traction et σ_{33} sont des contraintes de compression. Le cas de chargement est alors assimilable à celui de la compression diamétrale précédemment étudié comme le montre la figure 7.1(c). Comme le

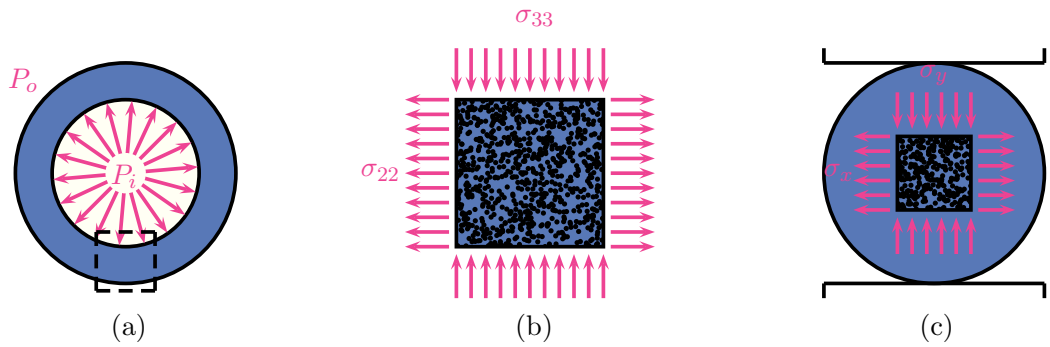


FIG. 7.1: Tube sous pression interne. (a) Coupe transverse du tube sous pression interne. (b) Contraintes appliquées dans le plan (23) du repère local matériau (123). (c) Similitude du chargement avec l'essai de compression diamétrale.

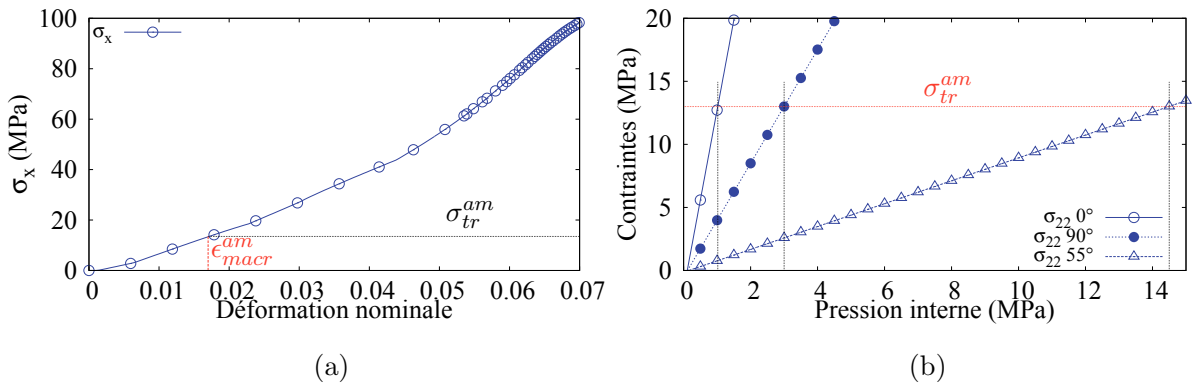


FIG. 7.2: (a) Essai de compression diamétrale. Contraintes de traction σ_x sur l'élément d'intérêt en fonction de la déformation nominale. Détermination de σ_{tr}^{am}, contrainte de traction d'amorçage. ϵ_{macr}^{am} est la déformation nominale macroscopique de début d'amorçage déterminée à l'aide du calcul sur VER. (b) Contraintes locales en traction σ_{22} qui sollicitent la canalisation calculées pour un angle d'enroulement des fibres de 0, 90 et 55 ° par rapport à l'axe du tube. On remonte ainsi à la pression interne d'amorçage des fissures.

montre la figure 2.9 pour le cas où les extrémités sont bloquées, les contraintes de traction σ_{22} sont prépondérantes sur les contraintes de compression σ_{33}.

7.1.2 Estimation des pressions d'amorçage selon l'angle d'enroulement

Afin d'estimer les pressions nécessaires à l'amorçage de fissures transverses, nous nous basons sur l'étude précédente réalisée sur la compression diamétrale. Nous avons déterminé la déformation nominale d'amorçage des fissures ϵ_{macr}^{am} sur l'étude des VER. Il a ainsi été déterminé que $\epsilon_{macr}^{am} = 0.017$. La figure 7.2(a) présente les contraintes de traction σ_x en fonction de la déformation nominale macroscopique appliquée pour l'élément d'intérêt du jonc composite subissant la compression diamétrale. La déformation nominale d'amorçage des fissures ϵ_{macr}^{am} est aussi représentée. On peut alors déterminer la contrainte de traction σ_{tr}^{am} nécessaire à l'amorçage de l'endommagement. On estime σ_{tr}^{am} être environ 13 MPa.

La figure 7.2(b) montre la contrainte de traction σ_{22} calculée à l'aide des équations analytiques du chapitre 2 pour des plis orientés à 0, 90 et 55° en fonction de la pression interne P_i. Le seuil de contrainte de traction σ_{tr}^{am} à partir duquel l'amorçage est possible est également représenté. On peut alors en fonction de chacune des orientations identifier la pression interne d'amorçage P_i^{am}. Ainsi, pour des plis orientés à 0, 90 et 55° par rapport à l'axe du tube, on estime respectivement la valeur de la pression interne d'amorçage à 1, 3 et 14.5 MPa.

Le cas le plus "désavantageux" est le cas où les fibres sont orientées dans le même sens que l'axe du tuyau. On constate tout de même, avec les hypothèse considérées, que la canalisation est capable de tenir presque 10 bar de pression interne sans que l'amorçage de fissure transverse ne s'effectue dans la matrice lors de la mise sous pression.

Bien entendu, il faut effectuer des essais sur tube pour arriver à valider ces pressions critiques. Non seulement nous ne disposons pas des canalisations mais ce type d'essai est lourd, nous n'avons donc pas eu l'occasion de les réaliser lors de cette thèse.

7.2 Prédiction pour des tests normatifs sur tube

La description du test "Full Scale" (FS) ou son alternative "Small Scale Steady State" (S4) est détaillée dans Ivanovic et al. [Greenshields et al., 2000], [ISO13477, 1996], [Greig et al., 1992], [Greenshield and Leevers, 1999], [Yayla and Leevers, 1992], [Brockeman, 1995]. Le but de l'essai consiste à favoriser une propagation rapide de fissure (Rapid Crack Propagation RCP) longitudinale afin de contrôler son arrêt au bout d'une distance donnée. L'amorçage de la fissure est obtenu par l'impact d'une masse tombante (condition dynamique) à basse température (0 °C) sur un bout de la canalisation. Ceci favorisant un amorçage en fragile. Cette phase d'amorçage est dans la plupart des cas occultée dans la littérature. Nous estimons que la présente approche permet de prédire aussi bien le moment de l'amorçage que l'orientation de la propagation de la fissure. Cependant, nous tenons à signaler que faute de temps, nous n'avons pas pu traiter en entier les problématiques qui suivent. Nous suggérons plutôt des pistes pour mettre en œuvre l'approche proposée sur des calculs proches.

7.2.1 Amorçage de fissure

L'impact de la masse tombante induit une ovalisation de la section du tube à l'extrémité du tube concernée. Couplée à la pression interne du tube, il se crée une flexion dans le sens circonférentiel. La mécanique de l'impact a été traitée de manière analytique par F. Laraba [Laraba-Abbes et al.,] ou numérique (éléments finis) [Greenshields et al., 2000]. Mais comme mentionné ci-dessus, le but des deux approches est d'extraire le taux de restitution d'énergie ou la ténacité au moment de l'amorçage. La contrainte calculée est donc globale et ne tient pas compte d'un gradient dû à la flexion.

La localisation des zones critiques pourrait se faire numériquement avec des hypothèses simplificatrices pour un calcul préliminaire : non prise en compte de l'effet inertiel (la masse tombante) tout en conservant la viscosité dans la loi de comportement ; maillage en 2D déformation plane au lieu d'un maillage en 3D nécessaire puisqu'il s'agit d'un impact presque ponctuel. Ce type de modélisation permet alors d'accéder au champ des contraintes locales à l'endroit critique comme par exemple le point où la triaxialité et / ou la plus grande contrainte principale est maximale. En effectuant un calcul sur un VER avec les conditions limites correspondant à ce champ local, il est théoriquement possible de déterminer le moment précis où l'amorçage de la fissure apparaît (élancement minimum) en suivant la même démarche que précédemment.

7.2.2 Propagation rapide de fissure

Si les mécanismes d'endommagement et de rupture sont conservés, la propagation de la fissure principale se fera dans la matrice en suivant la direction des fibres comme il a été observé lors des essais de propagation de fissure sur éprouvettes CT. Nous retrouvons alors la relation entre notre étude et celle de J.B. Kopp [Kopp, 2013] avec l'étude de la configuration à 0° : la propagation a lieu le long de l'axe de la canalisation ; les deux projets de thèse étant inscrits dans le même projet CARENCO. Si l'amorçage de la fissure s'effectue en paroi externe, dans le matériau composite de renfort du tube bi-couches, la propagation initiale suite à cet amorçage est susceptible de se produire sous deux orientations : en longitudinal suivant la direction des fibres, en profondeur vers la paroi interne du tube en passant tout d'abord par le "liner" constitué de la matrice seule. Une fois la fissure traversante, la propagation rapide longitudinale de la fissure peut être analysée conformément au travail de thèse de Kopp [Kopp, 2013]. En particulier, il est possible d'étudier si le phénomène de branchement de la fissure principale pour se transformer en fissures multiples peut ou non entraîner l'arrêt de fissure.

Avec le même scénario, on peut alors imaginer une fissure se propageant "en guillotine" lorsque l'orientation de l'enroulement des fibres est proche de 90°. Le cas ou l'orientation des fibres est 55° favoriserait une propagation en "tire-bouchon" (hélicoïdale). Aucun essai n'a été effectué pour confirmer ou infirmer ces extrapolations de résultats.

7.3 Revisiter les essais classiques

En plus de la compression diamétrale, les essais réalisés sur matériau composite pultrudé (jonc ou ruban) présentés dans le chapitre 2 peuvent se résumer ainsi :

- La traction / compression uniaxiale dans le sens des fibres : dans ce cas la contrainte peut être considérée comme homogène mais ce sont les fibres qui la subissent principalement. Il ne faut néanmoins pas perdre de vue le fait que la matrice confinée est chargée en déformation latérale nulle. Elle va donc être soumise à une déformation uniaxiale (voir préambule du chapitre 6) donc une contrainte triaxiale qui favorise la cavitation.
- La flexion à 3 ou 4 points : ce type d'essai réalisé sur bande ou jonc peut théoriquement différencier un chargement global en traction (flexion à 4 points ou à 3 points réalisé avec une large distance entre appuis) ou un chargement en cisaillement (flexion 3 à points avec une faible distance entre appuis). Dans l'approche actuelle on préconise de ne pas différencier cisaillement / traction mais de percevoir le chargement appliqué comme une évolution progressive du champ des contraintes principales et du taux de triaxialité des contraintes. Rappelons que le taux de triaxialité d'une contrainte de cisaillement est nul tandis que celui d'une contrainte de traction uniaxiale vaut 0.33. Nous avons vu que dans la microstructure, la matrice confinée peut subir une triaxialité évoluant entre -4 et 3.

Dans l'exploitation classique de ces essais, on détermine les "propriétés" mécaniques telles que le module de Young, le module de flexion et les contraintes ou déformations à rupture. Avec l'approche actuelle il est possible d'analyser les différents essais, d'en détailler l'hétérogénéité des contraintes et d'expliquer le processus de ruine menant à la rupture de l'échantillon. On pourrait ainsi mesurer la dispersion de toutes ces données expérimentales provenant de la variabilité microstructurale.

Pour les essais de flexion, il y a nécessité de mailler en 3D ce qui augmente sensiblement le temps de calcul. Le travail de thèse de P.A. Poulet entame l'application de cette approche.

7.4 Conclusions

La première partie de ce chapitre nous permet de faire la synthèse sur l'ensemble des résultats établis dans ces travaux de thèse. Le premier problème étudié est lié à la mise sous pression d'une canalisation composite. En effet, à l'aide de l'approche analytique exposée dans le chapitre 2, il a été possible de déterminer les contraintes locales qui s'appliquent sur les plis du composite. Les zones les plus sollicitées ont ainsi été identifiées. Par analogie du chargement appliqué, il a alors été possible de déterminer les pressions internes qui amorcent un endommagement dans les zones les plus confinées de la microstructure. Ainsi, nous estimons la pression interne d'amorçage à 1, 3 et 14.5 MPa pour un pli composite orienté respectivement à 0, 90 et 55° par rapport à l'axe du tube. Par extrapolation des résultats, nous pouvons aussi estimer l'orientation de la propagation des fissures lors d'un test S4. Enfin nous estimons qu'il est possible d'utiliser cette approche pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau donné à partir d'essais mécaniques.

Chapitre 8

Conclusions et perspectives

Cette étude a fait l'objet de la caractérisation d'un polymère semi-cristallin, le Polyamide 6, renforcé de fibres de verre continues et vise à analyser le comportement à rupture en fissuration transverse de la matrice confinée. Les mécanismes de déformation et d'endommagement ont été étudiés afin de comprendre l'influence de l'évolution de l'endommagement et de la prendre en compte dans un modèle numérique. Une simulation multi-échelle macro-micro a été mise en place. Cette approche consiste en un premier modèle macro d'une structure sur laquelle les "points chauds" sont déterminées. Un second modèle vient alors prendre en compte l'influence de ces contraintes sur la microstructure du composite. Ainsi, l'état d'endommagement de la structure est déterminé avec précision.

Nous allons ici présenter les principales conclusions et perspectives qui ont été établies.

Les propriétés élastique du matériau composite ont été déterminées par méthode inverse. En effet, les 6 coefficients d'élasticité indépendants du PA6FV, composite quasi-isotrope transverse ont été évaluées : $E_1 = 56000$ MPa, $E_2 = 4597$ MPa, $\nu_{12} = 0.31$, $\nu_{23} = 0.42$, $G_{12} = 5490$ MPa et $G_{23} = 6874$ MPa. Les essais mis en œuvre pour les déterminer ont permis de montrer qu'il existe une différence entre les mécanismes de déformation et d'endommagement des composites à matrice thermodurcissable et ceux des composites à matrice thermoplastique.

Quelques propriétés physico-chimiques du polymère massif PA6 servant de matrice dans le matériau composite ont aussi été expérimentalement déterminées. La plage de transition vitreuse du PA6 a été déterminée par DSC et est comprise entre 56° et 64°C. Cette température est relativement proche de la température ambiante. Des clichés issus d'une caméra thermique montrent un fort échauffement local sur des éprouvettes entaillées en traction monotone. La cristallinité moyenne χ_c du PA6 a aussi été mesurée par DSC et est estimée à 38.6 %.

Différentes analyses statistiques ont été réalisées afin d'avoir une bonne connaissance de la microstructure du matériau composite. Deux techniques d'imagerie complémentaires ont été utilisées : la tomographie aux rayons X et le MEB.

Il a été montré que l'analyse de 4000 à 6000 fibres sur des clichés MEB de coupes transverses est suffisante pour avoir une bonne estimation de la valeur moyenne du diamètre des fibres : 16.5 ± 1.7 μm. Le taux de fibres a également été déterminé par analyse d'images sur clichés MEB. Celui-ci est ainsi estimé à 65.4 ± 2.5 % en volume. On remarque alors que ce taux de fibres est important. Ainsi la matrice est confinée par le squelette fibreux. Le confinement est une notion majeure des travaux de cette thèse. En effet, la matrice bloquée en déformation, confinée par les fibres et soumise à des sollicitations mécaniques va développer des contraintes multiaxiales, d'où l'apparition d'une pression hydrostatique induite. Cette pression hydrostatique est susceptible de faire caviter la matrice. Afin de quantifier ce confinement, une mesure de l'élancement est proposée. L'élancement dépend de la distance inter-fibres et du diamètre des fibres. On retiendra que 77 % de la microstructure analysée

possèdent de la matrice dont l'élancement est inférieur à 0.04, ce qui est une valeur très faible et traduit ainsi un fort confinement.

Des données de tomographie ont permis de quantifier la distribution de macro-pores au sein du jonc composite. Le taux des macro-pores est maximal au centre du jonc (2.2 % en volume) et minimal sur la peau extérieure (0.4 % en volume). Enfin, le taux de micro-pores est évalué entre 0.1 et 0.2 % en volume.

Ainsi, le matériau possède une variabilité microstructurale importante qu'il faut prendre en compte lors de l'étude des phénomènes de déformation et d'endommagement. En effet, les "défauts" liés à la microstructure sont des amplificateurs de contraintes.

Des essais de compression diamétrale ont été mis en place afin de comprendre les mécanismes de déformation et d'endommagement du jonc composite. En effet, cet essai entraîne des efforts de compression à l'échelle macroscopique. Mais ces efforts induisent localement des contraintes de traction dans le plan diamétrale médian qui permettent d'ouvrir des fissures transverses. Le jonc composite PA6FV ainsi sollicité présente aussi une courbe effort/déplacement non-linéaire. A l'aide d'observations tomographiques, il a été possible de lier cette non-linéarité à des phénomènes de développement de fissures au sein de la microstructure du jonc. Des analyses MEB sur des surfaces d'échantillons testés par compression ont montré qu'il y a une bonne adhésion entre les fibres et la matrice.

La technique de laminographie mise en place sur des éprouvettes de type CT a permis de montrer que l'endommagement s'effectue par croissance et coalescence des micro-porosités et des plus petites des macro-porosités présentes initialement dans la matrice. Ainsi, ce sont la croissance et la coalescence des cavités qui permettent l'initiation et la propagation des fissures dans le matériau composite PA6FV. Des mesures locales de la déformation ont été réalisées sur les essais CT et permettent d'alimenter le modèle de propagation de fissure sur microstructure réelle mis en place.

Un modèle de comportement "sur-mesure" du PA6 a été réalisé. Celui-ci est construit sur une base expérimentale fournie du PA6-R. En effet, outre des données du comportement macroscopique du PA6-R, il est construit à l'aide de données expérimentales locales : la distribution de porosité, données issues de clichés de tomographie aux rayons X. Les paramètres matériaux sont identifiés par méthode inverse.

Le modèle est capable de décrire correctement le comportement macroscopique et l'évolution microscopique (taux de porosité) du PA6-R. De plus, la localisation de l'endommagement maximal est parfaitement retranscrite par le modèle. Ce modèle prend en compte l'effet de la triaxialité des contraintes, paramètre au rôle majeur puisqu'il est le moteur de l'endommagement. Un recalage des coefficients de la loi de comportement est ensuite réalisé sur les données expérimentales du PA6 de la présente étude. De manière générale, si un polymère semi-cristallin possède les même mécanismes de déformation et d'endommagement que le PA6-R, cette loi peut être utilisée moyennant un recalage identique à réaliser.

Deux maillages de 155 μm^2 provenant de deux échantillons de la microstructure réelle possédant une variabilité microstructurale unique sont établis. Ceux-ci sont utilisés afin de simuler le comportement du jonc composite soumis à la compression diamétrale. Une approche "macro-micro" est mise en place. Un premier modèle macroscopique permet de localiser les endroits critiques de la structure. Le second modèle microscopique utilise les contraintes du modèle précédent comme conditions aux limites sur la microstructure générée. Il serait enviseageable d'étendre cette approche à l'ensemble d'une structure industrielle. En effet, à l'image de la méthode FE^2, il est possible de prendre chaque élément d'une structure et d'en simuler la réponse de la microstructure. Il est néanmoins nécessaire de disposer d'une capacité de calcul appropriée.

Le comportement endommageable du polymère précédemment identifié est utilisé pour modéliser

le comportement de la matrice confinée. Une étude poussée de la localisation de l'endommagement sur la miscostructure est alors réalisée. On peut ainsi déterminer une valeur seuil d'élancement elc_s qui est primordiale pour le fabricant. En effet, en s'assurant que l'élancement dans la microstructure du composite est suppérieur à l'élancement seuil 0.04, nous avons montré qu'il est possible de gagner 135 % sur la valeur de la déformation appliquée avant que l'amorçage de l'endommagement n'ait lieu. Cependant, nous avons vu précedemment que 77 % de la microstructure du composite possède un élancement inférieur à l'élancement seuil. Ainsi, l'amélioration des propriétés transverses face à la fissuration transverse passe par une homogénéisation de la distribution spatiale des fibres. Ceci afin d'uniformiser les distances inter-fibres et ainsi augmenter l'élancement afin de réduire le facteur d'amplification des contraintes. C'est un compromis entre propriétés longitudinales et propriétés transverses qu'il faut déterminer en fonction du cahier des charges de la structure composite.

Enfin le dernier chapitre nous permet de faire la synthèse de l'ensemble des travaux de cette thèse et de revenir sur le problème industriel posé. En effet, l'approche macro-micro a été appliquée au problème de canalisation sous pression interne. Les zones les plus sollicitées de la structures composite ont été identifiées par méthode analytique. Par analogie du chargement appliqué, il a alors été possible de déterminer les pressions internes qui amorcent un endommagement dans les zones les plus confinées de la microstructure. Ainsi, nous estimons la pression interne d'amorçage à 1, 3 et 14.5 MPa pour un pli composite orienté respectivement à 0, 90 et 55° par rapport à l'axe du tube.

Par extrapolation des résultats, nous pouvons aussi estimer l'orientation de la propagation des fissures lors d'un test S4.

Plus largement, nous estimons qu'il est possible d'utiliser cette approche pour mieux comprendre les variations des propriétés mécaniques d'un matériau composite observées sur les essais mécaniques classiques tels que les flexions à 3 ou 4 points.

Bibliographie

[Akazawa, 1953] Akazawa, T. (1953). Tension test method for concrete. In *International Association of Testing and Research Laboratories for materials and structures*, volume No. 13, Paris.

[Asp et al., 1996a] Asp, L., Berglund, L., and Talreja, R. (1996a). A criterion for crack initiation in glassy polymers subjected to a composite-like stress state. *Composites Science and Technology*, 56 :1291–1301.

[Asp et al., 1996b] Asp, L., Berglund, L., and Talreja, R. (1996b). Effects of fiber and interphase on matrix-initiated transverse failure in polymer composites. *Composites Science and Technology*, 56 :657–665.

[Asp et al., 1996c] Asp, L., Berglund, L., and Talreja, R. (1996c). Prediction of matrix-initiated transverse failure in polymer composites. *Composites Science and Technology*, 56 :1089–1097.

[Beremin, 1980] Beremin, F. (1980). Calculs élastoplastiques par la méthode des éléments finis d'éprouvettes axisymétriques entaillées circulairement. *J. Méc. Appl.*, 4 :307–325.

[Berthelot, 1992] Berthelot, J. (1992). *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*. Masson.

[Berveiller and Zaoui, 1979] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1979). An extension of the self-consistent scheme to plastically-following polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 26 :325–344.

[Besson et al., 2001] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J., and Forest, S. (2001). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermes Science Publications.

[Besson and Foerch, 1997] Besson, J. and Foerch, R. (1997). Large scale object-oriented finite element code design. *Comp. Methods Appl. Mech. Eng.*, 142 :165–187.

[Besson and Guillemer-Neel, 2003] Besson, J. and Guillemer-Neel, C. (2003). An extension of the green and gurson models to kinematic hardening. *Mech. Mater.*, 35 :1–18.

[Beucher and Lantuéjoul, 1979] Beucher, S. and Lantuéjoul, C. (1979). Use of watersheds in contour detection. *Proc. Workshop on Image Processing, CCETT/IRISA, Rennes, France*, pages 2.1–2.12.

[Blassiau et al., 2006a] Blassiau, S., Thionnet, A., and Bunsell, A. (2006a). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. part 1 : Micromechanisms and 3d analysis of load transfer : The elastic case. *Composite Structures*, 74(3) :303 – 318.

[Blassiau et al., 2006b] Blassiau, S., Thionnet, A., and Bunsell, A. (2006b). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. part 2 : Influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer. *Composite Structures*, 74(3) :319 – 331.

[Blassiau et al., 2008] Blassiau, S., Thionnet, A., and Bunsell, A. (2008). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures : Part 3. multiscale reconstruction of composite behaviour. *Composite Structures*, 83(3) :312 – 323.

[Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). *Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc.* thèse de doctorat, Mines-Paristech.

[Boisot et al., 2011] Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C., and Hochstetter, G. (2011). Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11. *Int. J. Solids Struct.*, 48 :2642 – 2654.

[Bose et al., 2007] Bose, S., Bhattacharyya, A., Kodgire, P., and Misra, A. (2007). Fractionated crystallization in pa6/abs blends : Influence of a reactive compatibilizer and multiwall carbon nanotubes. *Polymer*, 48(1) :356–362.

[Bridgman, 1944] Bridgman, P. (1944). The stress distribution at the neck of a tension specimen. *Trans. ASME*, 32 :553–74.

[Brockeman, 1995] Brockeman, S. (1995). The paths of fast cracks in fracturing pipes. *3M Project Report, Imperial College, London.*

[Bunsell and Renard, 2005] Bunsell, A. and Renard, J. (2005). *Fundamentals of fibre reinforced composite materials.* Institute of Physics Publishing.

[Cailletaud and Pilvin, 1994] Cailletaud, G. and Pilvin, P. (1994). Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Rev. Eur. EF*, 3 :515–541.

[Cailletaud and Saï, 1995] Cailletaud, G. and Saï, K. (1995). Study of plastic/viscoplastic models with various inelastic mechanisms. *Int. J. Plasticity*, 11 :991–1005.

[Camara et al., 2011] Camara, S., Bunsell, A., Thionnet, A., and Allen, D. (2011). Determination of lifetime probabilities of carbon fibre composite plates and pressure vessels for hydrogen storage. *International Journal of Hydrogen Energy*, 36(10) :6031 – 6038.

[Canal et al., 2012] Canal, L., González, C., Segurado, J., and Llorca, J. (2012). Intraply fracture of fiber-reinforced composites : Microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 72 :1223–1232.

[Carlsson and Åström, 1998] Carlsson, A. and Åström, B. (1998). Experimental investigation of pultrusion of glass fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part A*, 29A :585–593.

[Carniero and Barcellos, 1953] Carniero, F. and Barcellos, A. (1953). Concrete tensile strength. In *International Association of Testing and Research Laboratories for materials and structures*, volume No. 16, Paris.

[Carothers, 1929] Carothers, W. (1929). Studies on polymerization and ring formation. i. an introduction to the general theory of condensation polymers. *Journal of the American Chemical Society*, 51-8 :2548–2559.

[Carothers, 1938] Carothers, W. (Sept. 20, 1938). Synthetic fibre. *U.S. patent 2, 130, 948.*

[Cayzac et al., 2013] Cayzac, H.-A., Saï, K., and Laiarinandrasana, L. (2013). Damage based constitutive relationships in semi-crystalline polymer by using multi-mechanisms model. *Int. J. Plasticity*, 51 :47 – 64.

[Challier et al., 2006] Challier, M., Besson, J., Laiarinandrasana, L., and Piques, R. (2006). Damage and fracture of polyvinylidene fluoride (PVDF) at 20 °C : Experiments and modelling. *Eng. Fract. Mech.*, 73 :79 – 90.

[Chateau, 2012] Chateau, C. (2012). *Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels.* thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

[Chateau et al., 2010] Chateau, C., Gélébart, L., Bornert, M., Crépin, J., and Caldemaison, D. (2010). Multiscale approach of mechanical behavior of sic/sic composites : elastic behaviour at the scale of the tow. *Technische Mechanik*, 30(1-3) :45–55.

[Chen et al., 1998] Chen, C., Pan, E., and Amadei, B. (1998). Determination of deformability and tensile strength of anisotropic rock using brazilian tests. *International Journal Rock Mechanics and Mining Sciences*, 35 :43–61.

[Chisholm et al., 1989] Chisholm, J., Hahn, H., and Williams, J. (1989). Diametral compression of pultruded composite rods as a quality control test. *Composites*, 20-6 :553–558.

[Christensen, 1979] Christensen, R. (1979). *Mechanics of Composite Materials.* A Wiley-Interscience-Publication, Wiley and Sons.

[Claesson and Bohloli, 2002] Claesson, J. and Bohloli, B. (2002). Brazilian test : stress field and tensile strength of anisotropic rocks using an analytical solution. *International Journal Rock Mechanics and Mining Sciences*, 39 :991–1004.

[Coster and Chermant, 1989] Coster, M. and Chermant, J. (1989). *Précis d'analyse d'image.* Press du CNRS.

[Couégnat, 2008] Couégnat, G. (2008). *Approche multi-échelle du comportement mécanique de matériaux composites á renforts tissés.* thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.

[Crespy and Landfester, 2005] Crespy, D. and Landfester, K. (2005). Anionic polymerization of ϵ-caprolactam in miniemulsion : synthesis and characterization of polyamide-6 nanoparticles. *Macromolecules*, 38 :6882–6887.

[de Velde and Kiekens, 2001] de Velde, K. V. and Kiekens, P. (2001). Thermoplastic pultrusion of natural fibre reinforced composites. *Composites Structures*, 54 :355–360.

[Fahad, 1996] Fahad, M. (1996). Stresses and failure in the diametral compression test. *journal of Material Science*, 31 :3723–3729.

[Feder, 1980] Feder, J. (1980). Random sequential adsorption. *Journal of Theoretical Biology*, 87(2) :237–254.

[Forest et al., 2006] Forest, S., Amestoy, M., Cantournet, S., Damamme, G., and Kruch, S. (2005-2006). *Mécanique des milieux continus, polycopié de cours.* Ecole des Mines de Paris, Direction des études.

[Frocht, 1941] Frocht, M. (1941). *Photoelasticity*, volume 1. J. Wiley.

[Galland et al., 2009] Galland, F., Nicolas, J., Sportouche, H., Roche, M., Tupin, F., and Réfrégier, P. (2009). Unsupervised synthetic aperture radar image segmentation using fisher distributions. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 48 No.8 :2966–2972.

[Garrett and Bailey, 1977a] Garrett, K. and Bailey, J. (1977a). The effect of resin failure strain on the tensile properties of glass fibre-reinforced polyester cross-ply laminates. *Journal of Materials Science*, 12 :2189–2194.

[Garrett and Bailey, 1977b] Garrett, K. and Bailey, J. (1977b). Multiple transverse fracture in 90 cross-ply laminates of a glass fibre-reinforced polyester. *Journal of Materials Science*, 12 :157–168.

[Gautier and Cailletaud, 2004] Gautier, E. and Cailletaud, C. (2004). N-phase modeling applied to phase transformations in steels : a coupled kinetics-mechanics approach. In *ICHMM-2004 Internationnal Conference on Heterogeneous Material Mechanics.* Chongqing (Chine).

[Gent and Lindley, 1958] Gent, A. and Lindley, P. (1958). Internal rupture of bonded rubber cylinders in tension. *Proceedings of the Royal Society of London*, A 249 :195–205.

[Goldsworthy, 1954] Goldsworthy, B. (Feb. 3-5 1954). The continuous extrusion of reinforced plastics. *9th Annual Meeting of the Reinforced Plastics Division, the Society of the Plastics Industry, Inc.*

[Goldsworthy, 1971] Goldsworthy, B. (Jan. 19, 1971). Pultrusion machine and method. *U.S. patent 3, 556, 888.*

[Goldsworthy, 1972] Goldsworthy, B. (July. 4, 1972). Augmented curing of rp stock. *U.S. patent 3, 674, 601.*

[Goldsworthy and Landgraf, 1959] Goldsworthy, B. and Landgraf, F. (Feb. 3, 1959). Apparatus for producing elongated articles from fiber-reinforced plastic materials. *U.S. patent 2, 871, 111.*

[Gonzàlez and Llorca, 2007] Gonzàlez, C. and Llorca, J. (2007). Mechanical behavior of unidirectional fibre-reinforced polymers under transverse compression : Microscopic mechanisms and modeling. *Composite Science and Technology*, 67 :2795–2806.

[Greenshield and Leevers, 1999] Greenshield, C. and Leevers, P. (1999). Correlation between full scale and small scale steady-state tests for rapid crack propagation in plastic gas pipe. *Plastics, Rubber and Composites*, 28(1) :20 – 25.

[Greenshields et al., 2000] Greenshields, C., Venizelos, G., and Ivankovic, A. (2000). A fluid-structure model for fast brittle fracture in plastic pipes. *Journal of Fluids and Structures*, 14 :221 – 234.

[Greenwood, 1977] Greenwood, J. (1977). German work on grp design. *Composites*, 8 :175–184.

[Greig et al., 1992] Greig, J., Leevers, P., and Yayla, P. (1992). Rapid crack propagation in pressurised plastic pipe. i- full scale and small-scale rcp testing. *Engineering Fracture Mechanics*, 42(4) :663 – 673.

[Gurson, 1977] Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : part1 : yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mater. Technol.*, 99 :2–15.

[Hill, 1965] Hill, R. (1965). Continuum micro-mechanisms of elastoplastic polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 13 :89–101.

[Hinrichsen et al., 1986] Hinrichsen, E., Feder, J., and Jossang, T. (1986). Geometry of random sequential adsorption. *Journal of Statistical Physics*, 44(5-6) :793–827.

[Hojo et al., 2009] Hojo, M., Mizuno, M., Hobbiebrunken, T., Adachi, T., Tanaka, M., and Ha, S. K. (2009). Effect of fiber array irregularities on microscopic interfacial normal stress states of transversely loaded ud-cfrp from viewpoint of failure initiation. *Composites Science and Technology*, 69 :1726–1734.

[Horn et al., 1994] Horn, J., Nafpliotis, N., and Goldberg, D. (1994). A niched pareto genetic algorithm for multiobjective optimization. *Evolutionary Computation, 1994. IEEE World Congress on Computational Intelligence., Proceedings of the First IEEE Conference on. Ieee*, pages 82–87.

[Hull, 1981] Hull, D. (1981). *An introduction to composite materials.* Cambridge : Cambridge University Press.

[ISO13477, 1996] ISO13477, N. (1996). Thermoplastics pipes for the conveyance of fluids-determination of the resistance to rapid crack propagation rcp - small-scale steady-state test (s4).

[Jean, 2009] Jean, A. (2009). *Etude d'un élastomère chargé, de la nanostructure au macro-comportement.* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Jianhong et al., 2009] Jianhong, Y., Wu, F., and Sun, J. (2009). Estimation of the tensile elastic modulus using brazilian disc by applying diametrically opposed concentrated loads. *International Journal Rock Mechanics and Mining Sciences*, 46 :568–576.

[Kamst et al., 1999] Kamst, G., Vasseur, J., Bonazzi, C., and Bimbenet, J. (1999). A new method for the measurement of the tensile strength of rice grains by using the diametral compression test. *Journal of Food Engineering*, 40 :227–232.

[Kanit et al., 2003] Kanit, T., Forest, S., Galliet, I., Mounoury, V., and Jeulin, D. (2003). Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures*, 40(13-14) :3647–3679.

[Kar et al., 2012] Kar, N., Hu, Y., Ahn, B., and Nutt, S. (2012). Diametral compression of pultruded composite rods. *Composite Science and Technology*, 72 :1283–1290.

[Kohan, 1973] Kohan, M. I. (1973). *Nylon plastics.* Wiley.

[Kopp, 2013] Kopp, J. (2013). *Etude de la rupture de tuyaux polymères utilisés pour le transport de gaz sous moyenne pression.* thèse de doctorat, Université de Strasbourg.

[Kushch et al., 2011] Kushch, V., Shmegera, S., and Jr., L. M. (2011). Explicit modeling the progressive interface damage in fibrous composite : Analytical vs. numerical approach. *Composites Science and Technology*, 71 :989–997.

[Ladeveze, 1999] Ladeveze, P. (1999). *Nonlinear Computational Structural Mechanics - New Approaches and Non- Incremental Methods of Calculation.* Springer-Verlag.

[Lafarge, 2006] Lafarge, M. (2006). *Modélisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF.* thèse de doctorat, Mines-Paristech.

[Laiarinandrasana, 2014] Laiarinandrasana, L. (2014). Communications privées.

[Laiarinandrasana et al., 2009a] Laiarinandrasana, L., Besson, J., Lafarge, M., and Hochstetter, G. (2009a). Temperature dependant mechanical behaviour of pvdf : experiments and numerical modelling. *Int. J. Plasticity*, 25 :1301–1324.

[Laiarinandrasana et al., 2012a] Laiarinandrasana, L., Cayzac, H., Morgeneyer, T., and Proudhon, H. (2012a). Modelling of damage distribution and orientation assessed by x-ray tomography technique on semi-crystalline polymers. 15th *International Conference on Deformation, Yield and Fracture of Polymers*, pages 234–237.

[Laiarinandrasana et al., 2009b] Laiarinandrasana, L., Lafarge, M., and Hochstetter, G. (2009b). Accounting for porosity, time and temperature dependency in fracture mechanics concepts on polyvinylidene fluoride material. *Eng. Fract. Mech.*, 76 :2766–2779.

[Laiarinandrasana et al., 2012b] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T., Proudhon, H., N'Yguyen, F., and Maire, E. (2012b). Effect of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by x-ray tomography. *Macromolecules*, 45 :4658–4668.

[Laraba-Abbes et al.,] Laraba-Abbes, F., Laurent, A., and Piques, R. Fissuration rapide du polyéthylène 100 - effet de cloche des essais s4. *Rapport interne.*

[Lavrov and Vervoort, 2002] Lavrov, A. and Vervoort, A. (2002). Theoretical treatment of tangential loading effects on the brazilian test stress distribution. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 39 :275–283.

[Layouni, 2004] Layouni, K. (2004). *Comportement et fatigue multiaxiale d'un élastomère chargé (NR-CB).* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Lenoir, 2006] Lenoir, N. (2006). *Comportement mécanique et rupture dans les roches argileuses étudiés par micro tomographie à rayons X.* thèse de doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble 1.

[Lindsey, 1967] Lindsey, G. (1967). Triaxial fracture studies. *Journal of Applied Physics*, 38 :4843–4852.

[Madenjian et al., 1985] Madenjian, A., Tessier, N., and Schott, N. (1985). Effect of significant processing variables on thermoplastic matrix pultruded composites. *SPI Composites Institute Annual Conference*, 40 :11F.

[Maire et al., 2012] Maire, E., Morgeneyer, T., Landron, C., Adrien, J., and Helfen, L. (2012). Bulk evaluation of ductile damage development using high resolution tomography and laminography. *Comptes Rendus Physique*, 13 :328–336.

[Marcellan, 2003] Marcellan, A. (2003). *Microstructures, micromécanismes et comportement à rupture de fibres PA 66.* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Mark, 2007] Mark, J. E. (2007). *Physical properties of polymers handbook.* Springer.

[Melro et al., 2013] Melro, A., Camanho, P., Pires, F. A., and Pinho, S. (2013). Micromechanical analysis of polymer composites reinforced by unidirectional fibres : Part ii - micromechanical analysis. *International Journal of Solids and Structures*, 50 :1906–1915.

[Meyer, 1994] Meyer, F. (1994). Topographic distance and watershed lines. *Signal Processing*, 38-1 :113–125.

[Miller et al., 1998] Miller, A., Dodds, N., Hale, J., and Gibson, A. (1998). High speed pultrusion of thermoplastic matrix composites. *Composites Part A*, 29A :773–782.

[Nairn, 2000] Nairn, J. (2000). Matrix microcracking in composites. *Comprehensive composite materials*, 2(12) :403–432.

[Nairn and Hu, 1994] Nairn, J. and Hu, S. (1994). *Micromechanics of damage : A case study of matrix microcracking. In Damage Mechanics of Composite Materials, ed., Ramesh Taljera.* Elsevier, Amsterdam.

[Nikolov and Doghri, 2000] Nikolov, S. and Doghri, I. (2000). A micro/macro constitutive model for the small-deformation behavior of polyethylene. *Polymer*, 41 :1883–1891.

[Nunes et al., 2013] Nunes, J., Silva, J., and Novo, P. (2013). Processing thermoplastic matrix towpregs by pultrusion. *Advances in Polymer Technology*, 32, No. S1 :E306–E312.

[Ognedal et al., 2014a] Ognedal, A., Clausen, A., Berstad, T., Seelig, T., and Hopperstad, O. (2014a). Void nucleation and growth in mineral-filled pvc an experimental and numerical study. *International Journal of Solids and Structures*, 51-(7-8) :1494–1506.

[Ognedal et al., 2014b] Ognedal, A., Clausen, A., Dahlen, A., and Hopperstad, O. (2014b). Behaviour of pvc and hdpe under highly triaxial stress states : an experimental and numerical study. *Mechanics of Materials*, In Press.

[Parry and Wronski, 1990] Parry, T. and Wronski, A. (1990). The effect of hydrostatic pressure on transverse strength of glass and carbon fibre-epoxy composites. *Journal of Materials science*, 25 :3162–3166.

[Patnaik, 1949] Patnaik, P. (1949). The non-central χ^2 and f-distributions and their applications. *Biometrika*, 36 (1-2) :202–232.

[Pawlak and Galeski, 2008] Pawlak, A. and Galeski, A. (2008). Cavitation during tensile deformation of polypropylene. *Macromolecules*, 41 :2839 – 2851.

[Pawlak and Galeski, 2010] Pawlak, A. and Galeski, A. (2010). Cavitation and morphological changes in polypropylene deformed at elevated temperatures. *Journal of Polymer Science : Part B : Polymer Physics*, 48 :1271 – 1280.

[Peltier, 1954] Peltier, M. (1954). Etude théorique de l'essai brésilien. *Rilem bulletin*, 19 :33–74.

[Price, 1973] Price, R. (June, 26, 1973). Production of impregnated rovings. *U.S. patent 3, 742, 106.*

[Puck and Schneider, 1969] Puck, A. and Schneider, W. (1969). On failure mechanisms and failure criteria of filament-wound glass-fibre/resin composites. *Plastics and Polymers*, 37 :33–43.

[Åström et al., 1995] Åström, B., Carlsson, M., Carlsson, A., Gunnars, O., and Oellers, S. (1995). High-speed thermoplastic pultrusion. *SAMPE International Symposium*, 40 :1542.

[Regrain, 2007] Regrain, C. (2007). *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du polyamide 6 étude expérimentale et modélisation.* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Regrain et al., 2009] Regrain, C., Laiarinandrasana, L., Toillon, S., and Saï, K. (2009). Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer : Constitutive relations and finite element implementation. *Int. J. Plasticity*, 25 :1253 – 1279.

[Robisson, 2000] Robisson, A. (2000). *Comportement visco-hyperélastique endommageable d'élastomères (SBR et PU) : prévision de la durée de vie en fatigue.* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Rozanski and Galeski, 2013] Rozanski, A. and Galeski, A. (2013). Plastic yielding of semicrystalline polymers affected by amorphous phase. *Int. J. Plasticity*, 41 :14 – 29.

[Saï et al., 2011] Saï, K., Laiarinandrasana, L., Naceur, I. B., Besson, J., Jeridi, M., and Cailletaud, G. (2011). Multi-mechanism damage-plasticity model for semi-crystalline polymer : Creep damage of notched specimen of pa6. *Materials Science and Engineering : A*, 528 :1087 – 1093.

[Saunders, 1973] Saunders, K. (1973). *Organic polymer chemistry.* Chapman and Hall.

[Schirrer et al., 1996] Schirrer, R., Fond, C., and Lobbrecht, A. (1996). Volume change and light scattering during mechanical damage in polymethylmethacrylate toughened with core-shell rubber particules. *J. Mater. Sci.*, 31 :6409–6422.

[Serror et al., 2013] Serror, M., Colin, X., and Larché, J. (2013). Vieillissement thermique d'un jonc composite carbone/'epoxy : Analyse de l'endommagement et ses conséquences sur les propriétés mécaniques. *Revue des composites et des matériaux avancés*, 23-1 :51–67.

[Singletary et al., 2000a] Singletary, J., Davis, H., Song, Y., Ramasubramanian, M., and Knoff, W. (2000a). The transverse compression of ppta fibers. part i : Fibre transverse structure. *Journal of Material Science*, 35 :583–592.

[Singletary et al., 2000b] Singletary, J., Davis, H., Song, Y., Ramasubramanian, M., and Knoff, W. (2000b). The transverse compression of ppta fibers. part i : Single fibre transverse compression testing. *Journal of Material Science*, 35 :573–581.

[Sobol, 1967] Sobol, I. (1967). On the distribution of points in a cube and the approximate evaluation of integrals. *USSR Computational Mathematics and Mathematical Physics*, 7-4 :86–112.

[Sonon et al., 2012] Sonon, B., François, B., and Massart, T. (2012). A unified level set based methodology for fast generation of complex microstructural multi-phase rves. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 223-224 :103–122.

[Taljera, 1994] Taljera, R. (1994). *Damage mechanics of composite materials.* Amsterdam : Elsevier.

[Tanguy, 2001] Tanguy, B. (2001). *Modélisation de l'essai de Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition.* thèse de doctorat, Ecole National Supérieure des Mines de Paris.

[Timoshenko and Goodier, 1951] Timoshenko, S. and Goodier, J. (1951). *Theory of Elasticity.* McGraw-Hill Book Company.

[Tomlinson and Holland, 1994] Tomlinson, W. and Holland, J. (1994). Pultrusion and properties of unidirectional glass fibre-polypropylene matrix composite. *Journal of Materials Science Letters*, 13 :675–677.

[Trias et al., 2006] Trias, D., Costa, J., Mayugo, J., and Hurtado, J. (2006). Random models versus periodic models for fibre reinforced composites. *Computational Materials Science*, 38 :316–324.

[Tvergaard, 1982] Tvergaard, V. (1982). On localization in ductile materials containing spherical voids. *Int. J. Fract.*, 18 :237–252.

[Tvergaard and Needleman, 1984] Tvergaard, V. and Needleman, A. (1984). Analysis of the cupcone fracture in a round tensile bar. *Acta Met. Mater.*, 32 :157–169.

[Udipi et al., 1997] Udipi, K., Davé, R., Kruse, R., and Stebbins, L. (1997). Polyamides from lactams via anionic ring-opening polymerization : 1. chemistry and some recent findings. *Polymer*, 38(4) :927–938.

[Vaughan and McCarthy, 2011] Vaughan, T. and McCarthy, C. (2011). Micromechanical modelling of the transverse damage behaviour in fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 71 :388–396.

[Widom, 1966] Widom, B. (1966). Random sequential addition of hard spheres to a volume. *Journal of Chemical Physics*, 44(10) :3888.

[Wiedmer and Manolesos, 2006] Wiedmer, S. and Manolesos, M. (2006). An experimental study of the pultrusion of carbon fiber-polyamide 12 yarns. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 19 :97–112.

[Wongsto and Li, 2005] Wongsto, A. and Li, S. (2005). Micromechanical fe analysis of ud fibre-reinforced composites with fibres distributed at random over the transverse cross-section. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 36 :1246–1266.

[Yang et al., 2012] Yang, L., Yan, Y., Lui, Y., and Ran, Z. (2012). Microscopic failure mechanisms of fiber-reinforced polymer composites under transverse tension and compression. *Composites Science and Technology*, 73 :1818–1825.

[Yayla and Leevers, 1992] Yayla, P. and Leevers, P. (1992). Rapid crack propagation in pressurised plastic pipe. ii- critical pressures for polyethylene pipe. *Engineering Fracture Mechanics*, 42(4) :675 – 682.

[Zeman and Sejnoha, 2001] Zeman, J. and Sejnoha, M. (2001). Numerical evaluation of effective elastic properties of graphite fiber tow impregnated by polymeric matrix. *Journal of the Mecanics and Physics of Solids*, 49-1 :69–90.

Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite.
Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre.

Résumé : L'utilisation croissante des matériaux composites à matrice polymère dans les structures industrielles est impulsée par le besoin de contraintes environnementales tout en conservant d'excellentes propriétés mécaniques. L'évolution des procédés de fabrication et l'émergence de la pultrusion réactive permet la production de matériaux composites à matrice thermoplastique possédant des taux de fibres très importants. Ceci leur confère les propriétés longitudinales souhaitées mais ces procédés induisent une variabilité microstructurale importante. De plus, les pièces industrielles sont bien souvent sollicitées de façon complexe induisant des contraintes multiaxiales. Ces contraintes sont alors "ressenties" par la microstructure du matériau composite et par la matrice confinée par les fibres notamment. La variabilité microstructurale tend alors à amplifier les contraintes. C'est dans ce contexte qu'une approche multi-échelle macro-micro (globale / locale) expérimentale et numérique a été développée. Les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture ont été expérimentalement analysés à l'échelle globale du matériau composite ainsi qu'à l'échelle locale de sa microstructure. Pour ce faire, de techniques expérimentales liées à la tomographie aux rayons X ont été mises en place et permettent d'observer in-situ l'évolution de la microstructure sollicitée. Il a été observé que l'endommagement se développe au sein de la matrice thermoplastique. Un modèle de comportement de la matrice endommageable a donc été mis au point à l'aide des approches issues de la mécanique des milieux poreux et permet de rendre compte des micro-mécanismes de déformation et d'endommagement de la matrice confinée par les fibres. Une approche de type "top-down" a été développée. Celle-ci permet de localiser les zones critiques d'une structure industrielle composite. Le chargement appliqué localement sur la pièce sert alors de conditions aux limites sur une microstructure réelle modélisée. Ainsi, il est possible de simuler la cinétique d'endommagement, permettant de comprendre l'amorçage et la propagation de fissures dans une structure industrielle. Cette approche appliquée au cas d'une canalisation composite sous pression a permis de déterminer des pressions d'amorçage de fissures en fonction de l'enroulement du composite sur la canalisation.
Mots clés : Approche multi-échelles, Matrice thermoplastique, Composite pultrudé, Endommagement, Élément finis

Experimental and numerical analyses of matrix damage on a composite material.
A pultruded thermoplastic reinforced with glass fibers.

Abstract :

The use of composite materials composed of polymeric matrix have known a growing interest in industrial structures due to the ratio between structure weight reduction and reliable mechanical properties. The pultrusion with in-situ polymerization process allows high fiber volume fraction which provides the longitudinal mechanical properties needed nevertheless, such process induces a microstructural variability. These engineering structures are often submitted to complex multiaxial stresses. Such stresses are locally amplified due to the microstructural variability and particularly due to the fact that the matrix is constrained by the fibres. It is in this context that a multi-scale top-down (global / local) experimental and numerical approach has been developped. Deformation, damage and fracture mechanisms have been experimentally studied at both global and local scales. In order to do so, experimental technics related to X ray tomography have been used and allow in-situ observation of damage in the composite material submitted to different stresses. A constitutive model of the polymeric matrix has been developped thanks to approaches from the mechanics of porous media and allows to take into account the damage behavior of the constrained matrix. A multi-scale model allowing critical zones localization on industrial structures has been set up. The resulting stresses on the critical zones are then applied to the microstructure of the composite material. This model is able to take into account the damage cinetic, as well as transverse cracks initiation and propagation through the microstructure. Such approach has been used to determine cracks initiation pressures for different plies orientation of a composite pipe.
Keywords : Multi-Scale Approach, Thermoplastic matrix, Pultruded Composite, Damage, Finite Elements

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY