



Étude de la durabilité d'un matériau composite bobiné sous chargements sévères

Mathilde Crozatier

► To cite this version:

Mathilde Crozatier. Étude de la durabilité d'un matériau composite bobiné sous chargements sévères. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. Français. NNT : 2017ENAM0008 . tel-01535606

HAL Id: tel-01535606

<https://pastel.hal.science/tel-01535606>

Submitted on 9 Jun 2017

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.

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité "Mécanique-Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Mathilde CROZATIER

le 13 avril 2017

**Etude de la durabilité d'un matériau composite
bobiné sous chargements sévères**

Directeur de thèse : **Laurent GUILLAUMAT**

Co-encadrement de la thèse : **Svetlana TEREKHINA**

Co-encadrement de la thèse : **Frédéric DAU**

Jury

M. Frédéric JACQUEMIN, Professeur, GeM, Université de Nantes

M. Frédéric THIEBAUD, Professeur, FEMTO-ST, Université de Bourgogne Franche-Comté

Mme Fabienne TOUCHARD, Chargée de recherche HDR, CNRS, ISAE-ENSMA Poitiers

M. Laurent GUILLAUMAT, Professeur, LAMPA, Arts et Métiers ParisTech Angers

Mme Svetlana TEREKHINA, Maître de conférences, LAMPA, Arts et Métiers ParisTech Angers

M. Frédéric DAU, Maître de conférences, I2M, Arts et Métiers ParisTech Bordeaux

M. Jean-Michel AVICE, Ingénieur, Directeur général Hydrovide

Président
et Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examineur
Examinatrice
Examineur
Invité

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mes encadrants M. Laurent GUILLAUMAT, Mme Svetlana TEREKHINA et M. Frédéric DAU, pour leurs aides et leurs conseils au cours de ces trois ans. La confiance qu'ils m'ont accordée m'a beaucoup appris. Chaque échange était l'occasion de faire avancer les travaux. Un merci plus spécifique à Svetlana pour sa bienveillance, son énergie et sa bonne humeur.

Ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien financier du Fond Unique Interministériel. Je les remercie pour cette opportunité. Je remercie également les entreprises partenaires de ma thèse *via* le projet SOLLICITERN : Hydrovide, Plasticon Composites et Méca, ainsi que leurs intervenants principaux MM. Christian MORIN, Yves GUILBAUD, Martin GAREL, Jean-Yves OLIVRE, Samuel DURAND, Emilien BILLAUDEAU et Laurent BOULAY. Chacun d'entre eux fut disponible pour les diverses questions et la diffusion de leur savoir-faire.

Je tiens à remercier MM. Frédéric JACQUEMIN et Frédéric THIEBAUD d'avoir accepté de rapporter ce mémoire de thèse. Je remercie également ce premier d'avoir présidé le jury. J'associe à ces remerciements Mme Fabienne TOUCHARD examinatrice, ainsi que M. Jean-Michel AVICE invité.

Je remercie également l'équipe du LAMPA et toutes les personnes qui ont pu m'aider au cours de ma thèse et apporter de la bonne humeur. Je souhaite remercier plus particulièrement mes co-thésards composite et compagnons de bureau Imed et Mohamed alias HD. L'entre-aide m'a permis d'aborder plus sereinement cette thèse. J'en profite également pour remercier Benoît pour son soutien inconditionnel.

Je remercie l'école d'Arts et Métiers de m'avoir fait confiance pour donner des enseignements aux élèves de première et deuxième années. Cela m'a permis d'obtenir une première expérience très enrichissante.

Plus personnellement, je remercie ma famille qui m'a soutenue et encouragée afin de mener à bien mon travail de thèse : mes parents et mes sœurs qui malgré la distance sont toujours présents pour les moments importants.

Table des matières

Introduction	16
1 Bibliographie	18
1.1 Camion d'hydrocurage	18
1.2 Généralités	20
1.2.1 Matériaux composites	20
1.2.2 Enroulement filamentaire	21
1.2.3 Endommagement	24
1.2.3.1 Multifissuration	24
1.2.3.2 Délaminage	25
1.2.3.3 Décohésion fibre/matrice	25
1.2.3.4 Rupture de fibres	26
1.3 Eprouvettes représentatives	27
1.4 Essais statiques	30
1.4.1 Méthode analytique	30
1.4.2 Méthode inverse et optimisation	31
1.5 Durabilité	34
1.5.1 Effet de la porosité	34
1.5.2 Essais de fatigue	35
1.5.2.1 Essai en pression interne	36
1.5.2.2 Essai en flexion sur appuis rapprochés	36
1.5.3 Essais d'impacts	38
1.5.3.1 Effet de courbure	40
1.5.3.2 Forme des impacteurs	40
1.5.3.3 Multi-impacts	40
1.5.3.4 Solutions pour pallier à l'endommagement après impact	41
1.5.3.5 Compression après impact	42
1.5.4 Vieillissement	43
1.5.4.1 Généralités	43
1.5.4.2 Modèles de diffusion	44

1.5.4.3	Résines vinylester et composites verre/vinylester en environnement humide et chaud	47
1.5.5	Essais d'usure	54
1.6	Cumul des sollicitations	56
1.6.1	Effet du pré-chargement	56
1.6.2	Couplage fatigue/impact	56
1.6.3	Couplage avec le vieillissement	57
1.6.4	Couplage avec l'usure	58
1.7	Conclusion	60
2	Matériau, moyens d'essai et méthodologie générale	61
2.1	Méthodologie générale	61
2.2	Matériau d'étude	63
2.2.1	Résine vinylester	63
2.2.2	Fibres de verre	63
2.2.3	Composite	64
2.3	Moyens d'essai	68
2.3.1	Analyse physico-chimique : ATR	68
2.3.2	Spectrométrie mécanique : DMA	68
2.3.3	Machine de traction/compression	70
2.3.4	Machine de fatigue	72
2.3.5	Tour de chute	73
2.3.6	Conditions de vieillissement	74
2.3.7	Cadre basculant	75
2.3.8	Protocole pour l'observation microscopique	77
3	Caractérisation du matériau	78
3.1	Mesure du taux de porosité	78
3.2	Spectrométrie mécanique, analyse par DMA	81
3.2.1	Essais de DMA sur la résine vinylester	81
3.2.2	Essais de DMA sur le composite de type A	83
3.3	Traction simple	85
3.3.1	Essais de traction simple sur la matrice vinylester	85
3.3.2	Essais de traction simple sur le composite	88
3.3.2.1	Essais de traction simple : type A	88
3.3.2.2	Essais de traction simple : type B	95
3.3.3	Conclusion sur la traction simple	97
3.4	Compression radiale	98
3.4.1	Essais préliminaires	98
3.4.1.1	Validation du protocole expérimental	98

TABLE DES MATIÈRES

3.4.1.2	Effets matériau et géométrie des tubes	106
3.4.1.3	Estimation des contraintes internes de fabrication	113
3.4.1.4	Conclusion sur les essais préliminaires	114
3.4.2	Essais de compression radiale : type B	115
3.4.2.1	Structure d'essai	115
3.4.2.2	Expérience	115
3.4.2.3	Modèle analytique	117
3.4.2.4	Approche inverse	117
3.4.2.5	Résultats	120
3.4.2.6	Etudes complémentaires	128
3.4.3	Conclusion sur la compression radiale	129
3.5	Cisaillement	130
3.5.1	Essais de cisaillement : type A	130
3.5.2	Essais de cisaillement : type B	136
3.5.3	Conclusion sur le cisaillement	141
3.6	Flexion 3 points : type C	142
3.7	Conclusion sur la caractérisation du matériau	144
4	Durabilité	145
4.1	Fatigue	145
4.1.1	Expériences	145
4.1.2	Méthode de l'escalier	149
4.1.3	Détermination de la limite d'endurance	150
4.1.4	Courbe de Wöhler	151
4.1.5	Endommagement	155
4.1.6	Conclusion sur la fatigue	160
4.2	Choc et usure	161
4.2.1	Choc	161
4.2.1.1	Essais d'impact	162
4.2.1.2	Compression après impact	176
4.2.1.3	Conclusion sur l'impact	178
4.2.2	Usure	179
4.2.2.1	Essais d'usure	179
4.2.2.2	Rugosité	183
4.2.2.3	Flexion 3 points	185
4.2.2.4	Conclusion sur l'usure	189
4.3	Vieillissement	190
4.3.1	Vieillissement de la résine vinylester	190
4.3.1.1	Essais d'ATR	193
4.3.1.2	Essais de DMA	194

4.3.1.3	Comportement mécanique	198
4.3.1.4	Conclusion sur le vieillissement de la résine	200
4.3.2	Vieillissement du composite	201
4.3.2.1	Vieillissement du composite de type A	201
4.3.2.2	Vieillissement du composite de type B	207
4.3.2.3	Couplage avec la fatigue	209
4.3.3	Conclusion sur le vieillissement	211
4.4	Conclusion sur la durabilité	212
Conclusion et perspectives		213
Références		216
Annexes		228
A Essais normalisés		228
A.1	Traction sur éprouvettes courbes (NF EN 1393)	228
A.2	Traction circonférentielle d'un anneau (NF EN 1394)	229
A.3	Compression circonférentielle d'un anneau (NF EN 1228)	229
B Code python associé à l'optimisation par essaim de particules		231
B.1	Module 1 : echtxt.py	232
B.2	Module 2 : pso_alea.py	233
B.3	Module 3 : calculAbaqus_dim.py	237
B.4	Module 4 : fobj.py	242
B.5	Module 5 : compil.py	243
B.6	Lancement de l'optimisation	244
C Multi-impacts		245
D Usure des abrasifs		247
E Séchage		248

Table des figures

1.1	Modélisation du camion d'hydrocurage	19
1.2	Composite : assemblage fibre/matrice	20
1.3	Procédé d'enroulement filamentaire	22
1.4	Matériau sandwich fait par enroulement filamentaire	23
1.5	Fond et enroulement filamentaire	23
1.6	Schéma des endommagements possibles dans un matériau composite	24
1.7	Multi-fissuration au sein d'un composite 2D SiC/SiC	24
1.8	Délaminage après un impact	25
1.9	Illustration d'une décohésion	25
1.10	Rupture de fibres au sein d'un composite 2D SiC/SiC	26
1.11	Montage de pré-déformation d'éprouvettes pour des essais d'impacts	28
1.12	Principe de la méthode inverse	33
1.13	Schéma d'essai de flexion	37
1.14	Tour du chute de l'ENSAM Bordeaux	39
1.15	Schéma d'endommagement typique de composite impacté	39
1.16	Vues en coupe de tubes en verre/époxy après impact	40
1.17	Schémas de structures	42
1.18	Compression sur une éprouvette courbe	43
1.19	Enceinte climatique et dessiccateur	44
1.20	Cinétique d'absorption de type fickien	46
1.21	Cinétique d'absorption selon le mécanisme de Langmuir	47
1.22	Hydrolyse d'une fonction ester	48
1.23	Motifs et spectre IRTF d'un prépolymère vinylester	51
1.24	Schéma du cadre basculant	55
2.1	Méthodologie générale	62
2.2	Résine vinylester	63
2.3	Schéma d'une bobine d'unidirectionnels	64
2.4	Les différentes structures étudiées	65
2.5	Micrographie du matériau de type A	66
2.6	Micrographie du matériau de type B	66

2.7	Micrographie du matériau de type C	67
2.8	Essai de spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée (ATR)	68
2.9	Principe de la DMA	69
2.10	Essais de DMA : flexion simple	70
2.11	Machine d'essai statique : Zwick 100 kN	71
2.12	Machine d'essai de fatigue : Instron 8850	72
2.13	Courbe de Wöhler schématique	73
2.14	Tour de chute	74
2.15	Vieillissement par immersion et en humidité contrôlée	75
2.16	Dispositif d'essai d'usure	75
2.17	Abrasifs utilisés pour les essais d'usure	76
2.18	Eprouvette en condition d'essai	76
3.1	Balance de précision	79
3.2	Spectre thermomécanique pour différentes post-cuissons de la résine vinylester	82
3.3	Spectre thermomécanique des deux directions du composite	83
3.4	Traction simple sur la résine vinylester	85
3.5	Suivi du champ de déformations par corrélations d'images	86
3.6	Contrainte en fonction du déplacement : effet de la post-cuisson	86
3.7	Contrainte en fonction de la déformation obtenue par corrélation d'images : effet de la post-cuisson	87
3.8	Traction simple (sens axial)	89
3.9	Rupture de l'éprouvette après une traction simple	89
3.10	Contrainte en fonction de la déformation à partir d'essai de tractions sur des éprouvettes de type A	90
3.11	Contrainte en fonction de la déformation pour un essai de traction cyclée sur une éprouvette non post-cuite	91
3.12	Chute de module en fonction de la déformation	91
3.13	Force et amplitude en fonction du temps	92
3.14	Force et nombre de coups cumulés en fonction du temps	93
3.15	Amplitude en fonction de la position	93
3.16	Décohésion fibres/matrice après un essai de traction sur une éprouvette de type A	94
3.17	Rupture de fibres après un essai de traction sur une éprouvette de type A .	94
3.18	Traction simple et instrumentations	95
3.19	Contrainte en fonction de la déformation	96
3.20	Déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale	97
3.21	Essai de compression circonférentielle	99
3.22	Instrumentations de l'essai de compression radiale	99
3.23	Suivi de la déformée sur la tranche latérale d'un tube en compression . . .	99

TABLE DES FIGURES

3.24	Schématisation de la zone du suivi du champ de déplacements	100
3.25	Modélisation numérique de la compression radiale	101
3.26	Courbes comparatives de plusieurs techniques pour la détermination des déplacements	102
3.27	Schématisation de la zone de mesure de l'écrasement	103
3.28	Champ de déplacements dans la direction du chargement, donné par corrélation d'images	104
3.29	Courbes comparatives de la force en fonction de l'écrasement à partir de plusieurs techniques de mesure	105
3.30	Champ de déplacements dans la direction perpendiculaire au chargement, donné par corrélation d'images	105
3.31	Tubes en verre/époxy de différents diamètres	107
3.32	Force en fonction de l'écrasement pour différents diamètres de tubes	108
3.33	Suivi de l'écartement entre les plateaux par un comparateur	108
3.34	Courbes comparatives de plusieurs techniques pour la détermination de l'écrasement sur des tubes en verre/époxy de différents diamètres	109
3.35	Module apparent en fonction du diamètre intérieur	110
3.36	Angle d'enroulement par rapport à la verticale	111
3.37	Module apparent en fonction du diamètre et de la longueur du tube	112
3.38	Courbe dont la pente est le module apparent pour plusieurs diamètres et longueurs de tubes	112
3.39	Tubes pour les essais de découpes axiales	114
3.40	Anneau en composite : structure d'essai	115
3.41	Montage expérimental de compression radiale	116
3.42	Schéma du positionnement des instrumentations	117
3.43	Instrumentations de l'essai de compression	117
3.44	Modèle numérique : conditions aux limites	118
3.45	Cas schématique en 2D	119
3.46	Force en fonction de l'écrasement pour un essai de compression radiale . .	120
3.47	Pli unidirectionnel	121
3.48	Structure d'essai après découpes axiales	123
3.49	Déformations données par les rosettes en fonction du temps	124
3.50	Modélisation de la pression interne	125
3.51	Schéma pour l'application de la première loi de Newton	125
3.52	Organigramme des actions réalisées à chaque itération	126
3.53	Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ISO 14130	130
3.54	Schématisation des sens de courbure	131
3.55	Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour les deux sens de courbure	132

3.56	Contrainte et amplitude en fonction du temps pour une éprouvette de type A133	
3.57	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : face tendue	133
3.58	Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344 :	
	éprouvette de type A	134
3.59	Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour essai sur une	
	éprouvette de type A suivant la norme ASTM D2344	135
3.60	Rupture d'une éprouvette de type A après un essai de cisaillement selon la	
	norme ASTM D2344	135
3.61	Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344 :	
	éprouvette de type B	136
3.62	Rupture d'une éprouvette de type B après un essai de cisaillement	137
3.63	Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour une éprouvette	
	de type B	137
3.64	Premiers endommagements sur la face tendue de l'éprouvette	137
3.65	Contrainte et amplitude en fonction du temps pour une éprouvette de type B138	
3.66	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : cisaillement	139
3.67	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : zoom sur une zone	
	cisaillée	139
3.68	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : zoom sur une zone	
	cisaillée	140
3.69	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : décohésion	140
3.70	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : rupture de fibres .	141
3.71	Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : face tendue	141
3.72	Montage pour les essais de flexion 3 points	143
3.73	Contrainte en fonction de la déformation pour les 8 éprouvettes testées en	
	flexion	143
4.1	Signal sinusoïdal alterné	146
4.2	Dispositif de mesures des températures	147
4.3	Evolution de la température de l'éprouvette pendant un essai de fatigue	
	avec perte de raideur	148
4.4	Exemple de cycle de fatigue	152
4.5	Exemples de courbe de raideur en fonction du nombre de cycles pour une	
	éprouvette saine et une éprouvette rompue	153
4.6	Courbes de Wöhler déterminées avec les deux normes et pour les matériaux	
	des types A et B	154
4.7	Image MEB d'une éprouvette considérée saine : décohésion horizontale . .	156
4.8	Image MEB d'une éprouvette considérée saine : décohésion verticale	156
4.9	Image MEB d'une éprouvette considérée saine : matage	157
4.10	Image MEB d'une éprouvette rompue : cisaillement interlaminaire	158

TABLE DES FIGURES

4.11 Image MEB d'une éprouvette rompue : zoom sur une zone cisailée avec rupture de fibres	158
4.12 Image MEB d'une éprouvette rompue en fatigue : face tendue	159
4.13 Image MEB d'une éprouvette rompue : matage	159
4.14 Image MEB d'une éprouvette rompue en fatigue : porosité	160
4.15 Principe du dispositif de mesures de vitesses	161
4.16 Dispositif fabriqué et installé dans le camion	162
4.17 Forme des impacteurs pour les essais de choc	163
4.18 Contact entre l'éprouvette monolithique et les supports fixes	164
4.19 Force en fonction du temps pour un impact hémisphérique : comparaison des solutions	164
4.20 Force en fonction du temps pour un impact hémisphérique : revêtement kevlar	165
4.21 Déflexion en fonction du temps pour un impact hémisphérique : comparaison des solutions	166
4.22 Force en fonction du temps pour un impact saillant : comparaison des solutions	167
4.23 Force en fonction du temps pour un impact saillant : revêtement kevlar	167
4.24 Déflexion en fonction du temps pour un impact saillant : comparaison des solutions	168
4.25 Images issues de la caméra rapide sur une plaque monolithique	169
4.26 Images issues de la caméra rapide sur une plaque revêtue de polyuréthane	169
4.27 Tranche de l'éprouvette revêtue de polyuréthane après un impact	169
4.28 Eprouvettes après impact	171
4.29 Force en fonction de la déflexion : multi-impacts	173
4.30 Montage de compression après impact	176
4.31 Force en fonction de l'écrasement après différents types d'impact	177
4.32 Mesure de l'épaisseur	179
4.33 Profondeur d'usure en fonction de la position sur le composite et l'acier usés avec du gravier pendant 10^5 cycles	181
4.34 Profondeur d'usure en fonction de la position sur le composite et l'acier usés avec du corindon pendant 10^5 cycles	181
4.35 Zone usée du composite après l'essai avec du corindon pendant 10^5 cycles	182
4.36 Rugosimètre	183
4.37 Micrographie avec comparaison des épaisseurs d'usure	184
4.38 Profil des éprouvettes extraites du tube usé avec le corindon	186
4.39 Vue de l'éprouvette sur la tranche lors de l'essai : faces non parallèles	186
4.40 Contrainte en fonction de la déformation pour différents types d'usure	187
4.41 Essai de flexion 3 points avec une éprouvette usée avec du corindon	187

4.42	Rupture des éprouvettes après un essai de flexion 3 points	189
4.43	Taux de prise de masse en fonction de la racine du temps pour le vinylester dans différentes conditions de vieillissement	191
4.44	Taux de perte de masse en fonction de la racine carrée du temps pour le vinylester dans différentes conditions de vieillissement	192
4.45	Jaunissement de la résine après immersion dans de l'eau distillée à 70°C . .	192
4.46	Bandes d'absorbance de la résine vinylester	193
4.47	Unité constitutive du réseau vinylester bisphénolique A	193
4.48	Spectre thermomécanique pour différents temps d'immersion	195
4.49	Spectre thermomécanique pour différentes conditions de vieillissement . . .	197
4.50	Spectre thermomécanique pour différents conditionnements du matériau . .	198
4.51	Contrainte en fonction de la déformation sur une éprouvette non vieillie et une vieillie en immersion à température ambiante jusqu'à saturation	199
4.52	Différentes protections de bord testées	201
4.53	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les différentes protections	202
4.54	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour deux rapports de dimensions d'échantillons	203
4.55	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour un échantillon de résine et un échantillon de composite	204
4.56	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps sur le matériau composite de type A avec les modèles théoriques	205
4.57	Courbe de séchage inverse du composite de type A après vieillissement . .	206
4.58	Forme schématique des échantillons de vieillissement sur le matériau de type B	207
4.59	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les échantillons du matériau de type B	208
4.60	Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les échantillons d'épaisseur 1 mm du matériau composite de type B avec les modèles théoriques	209
4.61	Raideur en fonction du nombre de cycles pour différents temps de vieillis- sement	210
A.1	Éprouvettes courbes en bande à bords parallèles (méthode A NF-EN-1393)	228
A.2	Montage des demi-disques (méthode B NF-EN-1394)	229
A.3	Dispositif d'essai de compression circonférentielle (NF-EN-1228)	230
C.1	Impacts successifs sur une plaque monolithique	245
C.2	Impacts successifs sur une plaque revêtue de polyuréthane	246

TABLE DES FIGURES

D.1	Echantillons de corindon, de gauche à droite : brut, après usure sur du composite et après usure sur de l'acier	247
D.2	Corindon avant et après usure	247
E.1	Courbe de séchage d'un échantillon en vinylester avant vieillissement . . .	248

Liste des tableaux

1.1	Dimensions des éprouvettes et rayons des poinçons pour des essais de flexion sur appuis rapprochés	37
1.2	Taux de saturation en eau M_{∞} et coefficient de diffusion D du vinylester pour différentes conditions	49
1.3	Taux de saturation en eau M_{∞} et coefficient de diffusion D du verre/vinylester pour différentes conditions	49
1.4	Température de transition vitreuse pour différentes résines vinylester . . .	52
1.5	Température de transition vitreuse pour des composites verre/vinylester . .	53
2.1	Propriétés mécaniques de la résine vinylester, de la fibre de verre E et du composite unidirectionnel verre/vinylester avec $M_f = 65\%$	64
2.2	Propriétés des différentes structures étudiées	64
2.3	Protocole de polissage	77
3.1	Densité du composite, taux massique de fibres et taux de porosité en fonction du type de matériau	80
3.2	Dimensions des éprouvettes en résine vinylester	85
3.3	Module d'Young et contrainte à rupture	87
3.4	Dimensions moyennes des éprouvettes de type A pour les essais de traction simple	88
3.5	Résultats des essais de traction simple sur les éprouvettes de type A	90
3.6	Dimensions moyennes des éprouvettes de type B pour les essais de traction simple	95
3.7	Résultats des essais de traction simple sur les éprouvettes de type B	96
3.8	Dimensions du tube en aluminium pour l'essai de compression radiale . . .	98
3.9	Dimensions des tubes en verre/époxyde pour les essais de compression radiale	107
3.10	Propriétés mécaniques classiques d'un pli unidirectionnel en verre/époxyde avec un taux volumique de fibres de 60%	107
3.11	Taux massique de fibres et angle d'enroulement en fonction du diamètre intérieur du tube	111

3.12	Déformations circonférentielles données par les jauges lors des essais de découpes axiales et contraintes circonférentielles expérimentales et théoriques	114
3.13	Dimensions de l'anneau pour l'essai de compression radiale	115
3.14	Jeu solution moyen de paramètres à la fin du processus d'optimisation : sans prise en compte des contraintes internes	122
3.15	Déformations circonférentielles à l'état final	124
3.16	Jeu solution moyen de paramètres à la fin du processus d'optimisation : avec prise en compte des contraintes internes	127
3.17	Propriétés élastiques du pli unidirectionnel verre/polyester pour un taux massique de fibre de 65%	128
3.18	Jeu solution moyen de paramètres matériau orthotrope à la fin du processus d'optimisation : avec prise en compte des contraintes internes	128
3.19	Dimensions des éprouvettes de type A pour les essais de cisaillement suivant la norme ISO 14130	131
3.20	Dimensions des éprouvettes de type A pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344	134
3.21	Dimensions des éprouvettes de type B pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344	136
3.22	Dimensions des éprouvettes de type C pour les essais de flexion 3 points . .	142
3.23	Résultats des essais de flexion 3 points sur les éprouvettes de type C	143
4.1	Méthode de l'escalier pour le matériau de type B et la norme ASTM D2344	150
4.2	Calculs des paramètres de la méthode de l'escalier pour le matériau de type B et la norme ASTM D2344	151
4.3	Limites d'endurance et écarts type obtenus par la méthode de l'escalier en fonction du matériau et de la norme utilisée	151
4.4	Paramètres de la loi de Basquin en fonction du matériau et de la norme utilisée	155
4.5	Epaisseur des éprouvettes d'impact	163
4.6	Vitesses d'impact et de rebond et énergies d'absorption dans le cas d'impact hémisphérique	174
4.7	Vitesses d'impact et de rebond et énergies d'absorption dans le cas d'impact avec un embout saillant	175
4.8	Energies d'absorption dans le cas des multi-impacts	175
4.9	Perte sur le module de compression après différents types d'impact	178
4.10	Profondeur d'usure sur le composite et l'acier en fonction du nombre de cycles et de l'abrasif	180
4.11	Vitesse d'usure du composite et de l'acier en fonction de l'abrasif	182
4.12	Rugosité du composite en fonction du nombre de cycles et de l'abrasif . . .	183
4.13	Dimensions des éprouvettes pour chaque condition d'usure	185

4.14	Résultats des essais de flexion 3 points : usure avec du gravier	186
4.15	Résultats des essais de flexion 3 points : usure avec le corindon	188
4.16	Coefficients de diffusion et taux de saturation pour différentes conditions de vieillissement	191
4.17	Températures de transition vitreuse pour différents temps d'immersion . .	195
4.18	Températures de transition vitreuse pour différentes conditions et deux temps de vieillissement	196
4.19	Prises en eau, modules, contraintes et déformations à rupture pour diffé- rents temps d'immersion à température ambiante	199
4.20	Prises en eau, modules, contraintes et déformations à rupture dans diffé- rentes conditions de vieillissement à température ambiante	199
4.21	Taux de saturation et coefficients du modèle de Langmuir pour le matériau de type A	205
4.22	Taux de saturation et coefficients du modèle de Langmuir pour le matériau de type B	208
4.23	Contrainte maximale du cycle en fonction du temps de vieillissement . . .	210
4.24	Bilan des pertes dues aux différentes sollicitations	212

Introduction

De nos jours, le domaine agricole et l'industrie chimique utilisent des citernes de grande capacité en matériaux composites pour stocker les denrées, les liquides, *etc.* Le choix de ces matériaux en remplacement des métaux s'impose du fait de leur meilleur rapport masse volumique/propriétés mécaniques et de leur résistance chimique naturelle. De même, l'industrie aéronautique et spatiale ainsi que le secteur militaire voient se développer de plus en plus les composites : fuselage d'avion, de fusée, enveloppe de missile, *etc.* Les citernes routières en composite sont également en plein essor. Dans ces diverses applications, l'enveloppe de la citerne aussi appelée virole est dimensionnée pour résister à des pressions internes.

La thèse s'inscrit dans le projet FUI *SOLLICITERN*, visant à développer une citerne routière en matériaux composites pour un véhicule d'hydro-curage. Plusieurs entreprises sont impliquées dans le consortium, dont cinq principales : *HYDROVIDE* porteur du projet, *PLASTICON Composites*, *MÉCA* et *AMVALOR*. La première est une PME qui développe des camions d'hydro-curage. *PLASTICON Composites* s'occupe du procédé de fabrication par enroulement filamentaire et *MÉCA* est un bureau de calcul qui s'attache à modéliser mécaniquement l'ensemble du camion. *AMVALOR* est la cellule de valorisation de l'école des Arts et Métiers ParisTech. C'est le laboratoire de recherche *LAMPA* du campus d'Angers qui est concerné.

Aujourd'hui, les citernes roulantes réalisées par l'entreprise sont généralement en acier. Cela représente une masse importante allant de 7 à 12 tonnes. Le besoin d'alléger la citerne est donc devenu prépondérant dans le contexte actuel du respect de l'environnement et du coût des carburants. L'utilisation des matériaux composites en remplacement du métal s'est imposée. En effet, l'alliance entre légèreté et bonnes résistances de ces structures entraîne le développement de leur utilisation.

Le projet s'articule en deux étapes principales. Tout d'abord, le but est de caractériser le comportement mécanique et la durée de vie de la citerne réalisée avec un composite stratifié verre/vinylester. Ce sera la version notée V1. Ensuite, une version approfondie, notée V2, doit permettre d'aboutir à une solution définitive, qui consiste à utiliser un

matériau de type sandwich. La fabrication de la virole se fait par le procédé d'enroulement filamentaire. La seconde version résultera d'une adaptation de ce procédé de fabrication et fait l'objet d'une thèse réalisée en parallèle.

Le travail de thèse mené ici est pluridisciplinaire puisque les sollicitations subies par le camion sont variées (*cf.* partie 1.1 de la bibliographie). Elles nécessitent tout d'abord de connaître leur effet indépendamment puis de les cumuler afin de permettre une validation des solutions.

Le mémoire s'articule en plusieurs chapitres. Tout d'abord, une étude bibliographie est proposée. Elle comporte un aperçu des recherches antérieures afin de débiter les différentes étapes du projet. Le second chapitre présente la méthodologie générale suivie pendant la thèse, puis le matériau d'étude ainsi que les diverses techniques employées au cours de la thèse. La caractérisation du matériau *via* entre autres des structures à l'échelle 1 constitue le chapitre 3. La durabilité est ensuite abordée dans le chapitre 4 par le biais d'essais variés permettant de rendre compte des conditions réelles d'utilisation.

Chapitre 1

Bibliographie

L'objet de cette partie est de faire un état de l'art sur le potentiel du matériau composite verre/vinylester face à différents types de sollicitations. L'intérêt se porte plus spécifiquement sur ce type de composites réalisés par enroulement filamentaire.

Tout d'abord, le fonctionnement d'un camion d'hydrocurage est décrit. Une présentation générale des matériaux composites est effectuée dans la seconde partie. Ensuite, la problématique d'avoir à caractériser les matériaux de l'étude sachant que le procédé ne peut fournir que des structures courbes est abordée. La section suivante est donc consacrée à la caractérisation du matériau *via* des essais statiques en proposant des modèles analytiques et des méthodes inverses afin d'accéder aux propriétés du matériau. La durabilité du matériau qui correspond à son aptitude à résister dans le temps, s'exprime par la résistance des matériaux à des chargements élémentaires (fatigue, choc, vieillissement, usure), et dans un second temps à leur cumul. En effet, coupler les chargements n'équivaut généralement pas à additionner leurs effets indépendamment. Il peut y avoir une synergie entre eux.

1.1 Camion d'hydrocurage

L'hydro-curage consiste à envoyer de l'eau sous pression dans les canalisations à nettoyer et d'aspirer les boues résultant du mélange se produisant dans les tuyaux. Cela se réalise en exerçant une dépression dans la citerne grâce à une pompe à vide. Les déchets sont ainsi projetés sur les parois internes de la citerne qui se trouve donc en état de compression interne.

Dans notre étude, l'objectif est de développer une citerne qui ne résiste pas seulement à des efforts surfaciques (fatigue, usure et vieillissement) mais aussi à des efforts ponctuels comme la projection de déchets à l'intérieur de la cuve (impacts répétés).

La fatigue est caractérisée par deux configurations différentes : des vibrations de la structure dues au roulement du camion et des cycles de pression/dépression lors de l'as-

piration et de la vidange.

En ce qui concerne les impacts, il est difficile de caractériser les résidus présents dans les canalisations, ainsi que leurs projections dans la citerne. En effet, chaque intervention du camion introduit des déchets divers (liquides, boues, eaux de ruissellement, matières organiques, hydrocarbures, solvants, *etc.*). Il est également possible d'aspirer des objets solides tels que des cailloux ou des morceaux de parpaing.

L'usure est due au sable et aux graviers présents dans les eaux de ruissellement qui produisent un frottement sur les parois intérieures pendant les mouvements du véhicule. Cela peut conduire à creuser la partie basse de la citerne.

Pour ce qui se rapporte au vieillissement, une éventuelle influence d'une hydrolyse sur la résine ou les fibres est à étudier étant donné l'omniprésence d'un environnement humide.

La figure 1.1 montre la modélisation du camion d'hydro-curage. La citerne centrale sert pour transporter les déchets. Il s'agit de la pièce faisant l'objet de ce travail et qui doit évoluer vers une solution en matériaux composites. Les réservoirs latéraux entourant la citerne sont réservés pour stocker l'eau propre, et pourraient eux aussi être concernés par un développement en composite. La partie avant de l'équipement est composée des pompes à vide et à eau haute pression ainsi que de leur système d'entraînement par le moteur du véhicule. L'enrouleur sur le haut du camion conduit les déchets de la canalisation à nettoyer à la citerne.



FIGURE 1.1 – Modélisation du camion d'hydrocurage

1.2 Généralités

Ce paragraphe vise tout d'abord à présenter les matériaux composites en général. L'intérêt se porte ensuite sur le procédé de fabrication par enroulement filamentaire. En effet, il s'agit du procédé de fabrication des citernes du projet. Le dernier paragraphe expose les différents modes d'endommagement qu'un matériau composite peut développer.

1.2.1 Matériaux composites

Un matériau composite est un assemblage de deux composants principaux : la matrice et le renfort. L'objectif est de regrouper judicieusement ces deux composants afin d'obtenir un matériau présentant un bon ratio entre comportement mécanique et masse volumique. A noter que la liaison entre les fibres et la matrice représente un élément fondamental pour la réalisation de l'effet composite. Cela peut être une simple interface ou interphase dans le cas de l'ajout d'un troisième matériau. La figure 1.2 montre schématiquement la structure d'un matériau composite unidirectionnel. Cela signifie que toutes les fibres sont dans la même direction.

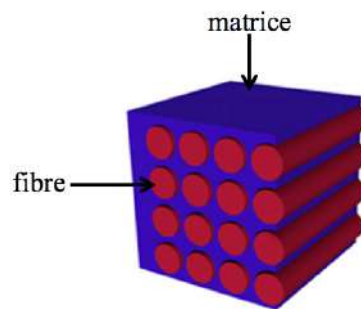


FIGURE 1.2 – Composite unidirectionnel : assemblage fibre/matrice

Le béton armé est un exemple courant d'un matériau composite. Le béton est le mélange de ciment et de granulats. Il est ensuite renforcé par des fers à béton. Les composites sont également présents dans la nature, avec les végétaux constitués de fibres de cellulose et de lignine comme matrice. Ils existent de nombreuses possibilités pour créer un matériau composite selon le choix des fibres et de la matrice. Les fibres peuvent être en verre, kevlar, carbone, bore, carbure de silicium, lin, *etc.* La matrice peut être une résine thermodurcissable ou thermoplastique, un minéral ou un métal. Actuellement, les résines thermodurcissables sont les plus employées car elles permettent d'utiliser des procédés de fabrication simples et de réaliser de grandes pièces. Les composites les plus usuels sont le verre/polyester (nautisme) et le carbone/époxy (aéronautique) [Gay, 2005]. Cependant, de plus en plus d'études concernent les matériaux dits « écologiques » constitués généralement de fibres de lin ou de chanvre et de résines thermoplastiques, étant donné que le caractère réversible de ces dernières permet une réutilisation.

De nos jours, les matériaux composites « synthétiques » font l'objet de nombreuses recherches. En effet, depuis leur création, nous n'avons pas cessé d'étudier leur comportement sous différents chargements, d'optimiser leur fabrication, d'en concevoir de nouveaux, *etc.* Les matériaux composites remplacent peu à peu les métaux dans différents domaines, mais surtout dans les transports. En effet, leur utilisation est particulièrement bien adaptée à ce secteur industriel grâce à leur excellent rapport entre faible densité et bonnes caractéristiques mécaniques.

Les matériaux composites présentent généralement une bonne tolérance aux dommages car ils sont capables de dissiper de l'énergie grâce à plusieurs mécanismes d'endommagement. Leur nature multi-composant propose effectivement plusieurs modes d'endommagement tels que la multi-fissuration matricielle, la séparation entre plis (délaminage), la décohésion fibre/matrice et la rupture des fibres. Ces endommagements sont présentés plus en détail dans le paragraphe 1.2.3.

Les composites à matrice thermodurcissable ne développent pas de plasticité au sens des métaux. Cette caractéristique est à la fois un avantage et un inconvénient. En effet, elle peut conduire à une ruine prématurée du matériau, mais elle permet aussi de limiter la propagation de l'énergie dans les zones périphériques. En effet, la zone endommagée capte toute l'énergie du chargement qui ne se diffuse donc pas dans le reste du matériau. C'est le cas par exemple pour les chocs.

De nombreux procédés de fabrication existent pour la réalisation de pièces en matériaux composites. Une présentation rapide concernant les principaux est donnée dans le livre de Gay [Gay, 2005]. L'article de Chevalier et Berbain [Chevalier et Berbain, 2014] donne plus de détails sur les différents procédés. Parmi les plus courants, nous trouvons le procédé Resin Transfer Molding (RTM) et l'infusion (LRI), autrement dit les procédés LCM (Liquid Composite Molding). Dans tous les procédés LCM, l'élaboration du composite fait intervenir une étape de remplissage de la préforme par la résine liquide. Le plus gênant, industriellement parlant, sont les différents problèmes rencontrés lors de la fabrication de ces matériaux tels que la déformation des pièces moulées après la fabrication. Cette déformation résiduelle peut avoir de nombreuses causes, les principales étant l'anisotropie du matériau, d'une part, et le déséquilibre des contraintes intra-laminaires dans le cas des pièces stratifiés, d'autre part. La modélisation à différentes échelles de contraintes locales pendant la cuisson du composite est donc indispensable pour maîtriser ces procédés [Lacoste *et al.*, 2013]. L'enroulement filamentaire est présenté dans le paragraphe suivant.

1.2.2 Enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire est un procédé de fabrication automatisé qui permet d'obtenir des pièces de révolution en matériau composite. Des bouteilles de gaz, des filtres à

piscines ou des enveloppes de missiles sont notamment fabriquées avec ce procédé. Dans la suite de cette partie bibliographique, le procédé est présenté ainsi que les effets de ces paramètres sur les propriétés des matériaux.

La figure 1.3 schématise le procédé d'enroulement filamentaire. Les fibres (renforts) non imprégnées sont stockées sous forme de pelote appelée rowing. Un peigne est utilisé pour répartir les fibres afin de pouvoir les disposer parallèlement entre elles sur un mandrin qui sert de support. Elles sont au préalable imprégnées dans un bac de résine et puis déposées sur le mandrin, qui lui-même tourne selon son axe de révolution. Le guide fil se déplace pour répartir les fibres enduites de résine sur le mandrin. La vitesse d'avance du guide-fil et la vitesse de rotation du mandrin permettent de régler l'angle de dépose des fibres. Trois types d'enroulement sont possibles :

- l'enroulement circonférentiel : dépôt de matière perpendiculairement à l'axe de rotation ;
- l'enroulement hélicoïdal : dépôt de matière suivant un angle θ par rapport à l'axe de rotation ;
- l'enroulement satellite : le mandrin a une composante en rotation supplémentaire.

L'angle de dépose des fibres pour l'enroulement hélicoïdal est toutefois limité. En effet, la dépose de fibres selon la direction axiale de la pièce est impossible ($\theta = 0$). Pour remplacer cela, des bobines d'unidirectionnels sont utilisées.

Une fois toutes les couches déposées, le cylindre est maintenu en rotation jusqu'à la fin de la polymérisation de la résine afin d'éviter que celle-ci ne s'écoule. Il est ensuite démoulé.

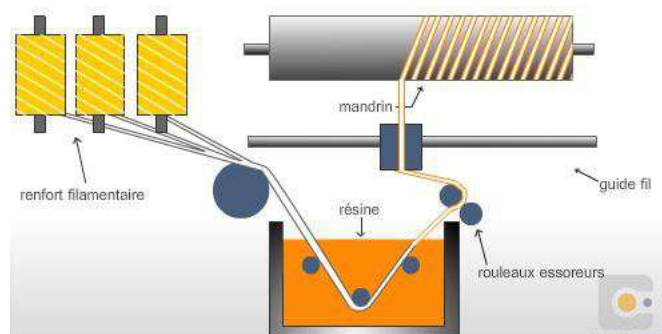


FIGURE 1.3 – Procédé d'enroulement filamentaire [Compositec, 2009]

Il est également possible de fabriquer des matériaux sandwichs par enroulement filamentaire. Pour cela, une première peau est déposée sur le mandrin comme décrit ci-dessus. Ensuite, l'âme est positionnée manuellement sous forme de panneaux. La deuxième peau est enfin placée par enroulement filamentaire avec la même technique que la première. La figure 1.4 montre le produit final après la réalisation de cette technique. Dans le cas de

notre projet, une thèse en parallèle propose une étude sur ce procédé afin de l'optimiser (Mohamed Haddad).



FIGURE 1.4 – Matériau sandwich fait par enroulement filamentaire [Plasticon Composites]

Pour réaliser une cuve, il faut intégrer des fonds. Ces derniers sont réalisés par moulage. Un exemple est donné sur la figure 1.5 (a). L'intégration des fonds est englobée dans le processus d'enroulement pour permettre une bonne liaison entre la cuve et le fond (*cf.* figure 1.5 (b)).



(a) Fond de cuve fabriqué par moulage (b) Intégration du fond lors de l'enroulement

FIGURE 1.5 – Fond et enroulement filamentaire [Plasticon Composites]

De nos jours, l'enroulement filamentaire permet la réalisation de structures de révolution atteignant des diamètres de plus de 5 m, et de fabriquer le composite avec une cadence de 500 kg par heure. Il a aussi l'avantage de produire des pièces à hautes caractéristiques mécaniques puisque le taux de renfort peut être élevé ($M_f \approx 70\%$). Les utilisations peuvent être nombreuses étant donné la flexibilité du procédé sur l'angle de dépôt des fibres. En effet, il suffit de déposer les fibres dans les directions de chargement des pièces pour y obtenir les caractéristiques les plus élevées. Cependant, ce n'est pas le cas pour un réservoir sous pression interne avec des angles de 55° où l'objectif est d'être isotensioïde [Gay, 2005]. La main d'œuvre est réduite du fait de l'automatisation du procédé ou tout du moins de sa mécanisation.

Concernant les inconvénients, outre le coût des équipements, la face extérieure montre généralement un aspect très rugueux.

1.2.3 Endommagement

Les endommagements possibles des matériaux composites concernent soit la matrice, soit les fibres, soit l'interface : rupture des fibres, rupture de la matrice longitudinale ou transverse, délaminage et décohésion. Le risque de ces endommagements est qu'ils sont parfois indétectables à l'œil nu car internes à la structure. La figure 1.6 présente schématiquement les types d'endommagement.

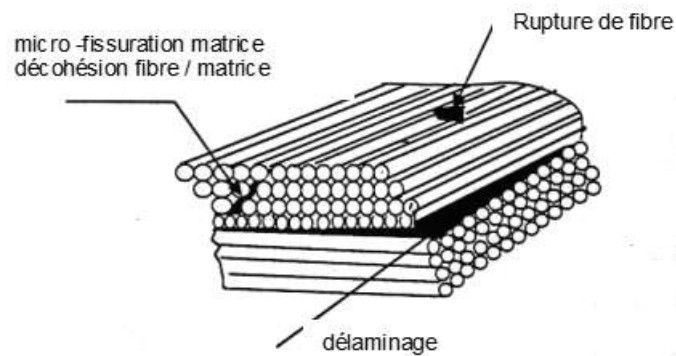


FIGURE 1.6 – Schéma des endommagements possibles dans un matériau composite [Medysys, 2013]

1.2.3.1 Multifissuration

Les matériaux composites présentent la particularité de pouvoir développer tout un réseau de micro-fissures dont l'intensité dépend pour beaucoup de la qualité de la liaison fibre-matrice. Lorsque la fissure, venant de la matrice, arrive sur la fibre il faut favoriser une décohésion entre les deux afin d'éviter la rupture de celle-ci. C'est à ce niveau que la liaison fibre/matrice doit posséder des propriétés adaptées pour permettre la déviation de la fissure. La fibre réalise alors un pontage de la fissure et permet ainsi le transfert des efforts de chaque côté de la fissure. Une nouvelle fissure peut alors se créer dans le matériau et ainsi de suite. La figure 1.7 montre la multi-fissuration dans un composite à matrice céramique du type carbure de silicium.

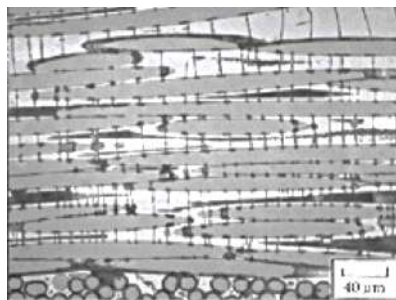


FIGURE 1.7 – Multi-fissuration au sein d'un composite 2D SiC/SiC [Guillaumat, 1994]

1.2.3.2 Délaminage

Le délaminage se produit surtout dans les matériaux stratifiés (superposition de couches de matériaux). Il s'agit d'un décollement souvent local entre deux plis successifs suite à un impact ou un chargement de flexion. Cet endommagement n'est pas toujours visible en surface alors qu'il peut être important dans le matériau. Il est susceptible de se propager sous un chargement de fatigue et conduire à la ruine de la structure prématurément. Ce cas de figure se retrouve lorsque l'on combine les essais d'impact et de fatigue (*cf.* paragraphe 3.4.1.3). La direction du délaminage est dictée par l'orientation des fibres qui se trouvent dans le pli inférieur. La figure 1.8 présente sur un composite un délaminage après impact, reconnaissable par le blanchiment de la structure. Le délaminage est d'autant plus facilité que la direction des fibres de deux plis successif est différente, le maximum étant évidemment 90° . Son apparition est également favorisée par la présence de fissures qui viennent fragiliser l'interface entre deux plis en se déviant le long de cette interface.



FIGURE 1.8 – Délaminage après un impact [Imielińska *et al.*, 2008]

1.2.3.3 Décohésion fibre/matrice

La décohésion fibre-matrice (figure 1.9) survient surtout lors de la multi-fissuration de la matrice. La fissure est donc déviée à l'interface fibre/matrice et décolle la fibre sur une certaine longueur. Selon le nombre de fissures qui se développe ce phénomène peut être important. La coalescence de ces décohésions peut également constituer des fissures de tailles variables.

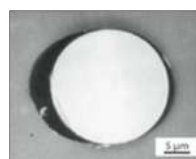


FIGURE 1.9 – Illustration d'une décohésion

1.2.3.4 Rupture de fibres

La rupture de fibres survient surtout à la fin du chargement lorsque tous les autres endommagements sont saturés. Il s'agit de l'endommagement le plus critique pour le matériau car il produit une perte de rigidité importante et conduit à la rupture de la pièce. La figure 1.10 présente une vue microscopique de la rupture de fibres dans un composite en carbure de silicium.

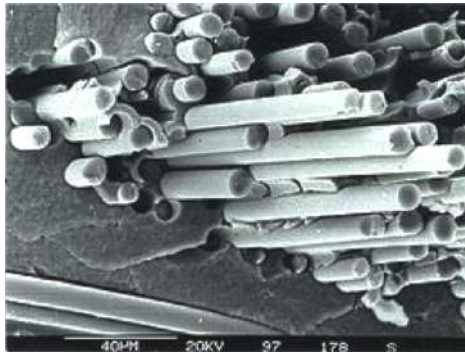


FIGURE 1.10 – Rupture de fibres au sein d'un composite 2D SiC/SiC [Guillaumat, 1994]

1.3 Eprouvettes représentatives

L'étude de pièces réalisées en enroulement filamentaire pose le problème de l'étude du matériau qui doit se faire par le biais d'éprouvettes courbes. En effet, il est préférable dans le domaine des matériaux composites d'utiliser la matière issue de la pièce et non en réalisant des éprouvettes. Par ailleurs, ce procédé ne permet pas d'obtenir des éprouvettes planes dans de bonnes conditions.

La plupart des publications qui font intervenir dans leurs études des éprouvettes courbes, utilise le procédé de pré-imprégné pour leur fabrication. Employer cette méthode n'est pas judicieux. En effet, les propriétés micro-structurales comme le taux volumique de fibres, dépendent du procédé de fabrication. Par ailleurs, les fibres sont déposées avec une tension qu'il est difficile de reproduire avec un autre procédé. Les travaux exposés dans la suite impliquent donc généralement des éprouvettes réalisées par enroulement filamentaire.

Casari *et al.* [Casari *et al.*, 2006] étudient l'état des contraintes internes dans les tubes composites dues au procédé de fabrication par enroulement filamentaire. Pour cela, ils coupent des tubes radialement puis axialement. Des jauges de déformations leur permettent d'estimer les contraintes de découpe. Elles mesurent des centaines de micro-déformations après découpe. Les auteurs montrent que ces contraintes internes dues au procédé de fabrication ne sont pas négligeables et sont à considérer lors d'une conception. Par ailleurs, ils constatent que les tubes ont tendance à se fermer après une découpe axiale, ce qui signifie que ce sont des contraintes internes de compression.

Ballère *et al.* [Ballère, 2008] [Ballère *et al.*, 2009], Pilato [Pilato, 2011] et Pham [Pham, 2013] ont utilisé des éprouvettes courbes découpées sur des bobines réalisées par enroulement filamentaire. Le problème principal qui se pose concerne l'application expérimentale des conditions aux limites sur ces éprouvettes. En effet, afin de représenter au mieux la structure il est souhaitable d'appliquer aux bords des éprouvettes des conditions aux limites permettant de reproduire la continuité de la matière et d'éventuelles contraintes internes. Cette notion de conditions aux limites influence significativement la réponse matériau lors d'essais d'impacts [Minak et Ghelli, 2008].

Le second problème concerne la caractérisation du matériau. Il serait plus simple d'avoir des plaques planes pour la transmission d'effort lors des essais en quasi-statique. Il existe un procédé de fabrication présenté dans la norme ISO 1268-5 [ISO 1268-5, 2001] pour réaliser des plaques planes à partir du procédé d'enroulement filamentaire. En revanche, il ne faut pas espérer retrouver les mêmes propriétés à cause d'une tension de fibres non optimale et du manque des contraintes internes évoquées précédemment.

Dans la thèse de Pilato [Pilato, 2011], trois types d'éprouvettes sont étudiées pour caractériser le matériau carbone/époxy :

- des plaques bobinées fabriquées suivant la norme [ISO 1268-5, 2001] ;
- des éprouvettes tronçons (échantillons découpés à partir d'une bobine) ;
- des tubes d'échelle réduite.

L'auteur choisit d'utiliser les valeurs obtenues suite aux essais du second type d'éprouvettes. En effet, cela correspond à la représentation la plus réelle du matériau en service.

Dans ses travaux, Ballère [Ballère, 2008] qui a travaillé sur des viroles, emploie seulement des éprouvettes tronçons. Il compare différentes configurations de conditions aux limites. Il conclut que le dispositif avec un confinement du délaminage permet d'avoir une bonne reproductibilité et représentativité de ses essais d'impacts.

L'auteur s'est également intéressé au relâchement des contraintes résiduelles lors de la découpe de tubes. Il indique que le diamètre des échantillons est plus faible que le diamètre de la bobine. Il réalise un montage où il crée une pré-déformation des éprouvettes jusqu'à obtenir le diamètre de la bobine (figure 1.11). Dans le paragraphe 1.6.1, l'effet de cette pré-déformation sur la réponse du matériau à l'impact est exposé.

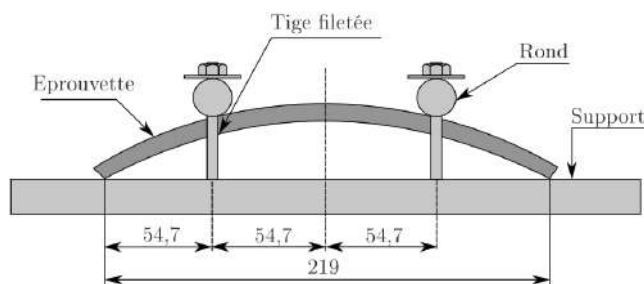


FIGURE 1.11 – Montage de pré-déformation d'éprouvettes pour des essais d'impacts [Ballère, 2008]

Hahn *et al.* [Hahn *et al.*, 1993] cherchent à évaluer les contraintes créées au cours de la pose des fibres par enroulement filamentaire sur le mandrin. Ils prouvent que les fibres subissent de la traction au moment de la pose, et donc qu'un champ de compression se forme sur la face intérieure de la bobine.

Par ailleurs, Mertiny et Ellyin [Mertiny et Ellyin, 2002] se sont concentrés sur l'influence de la tension imposée aux fibres lors de la pose sur le mandrin. Les propriétés mécaniques du matériau composite bobiné sont dépendantes de ce paramètre. En effet, la tension d'enroulement des fibres influe directement sur le taux volumique de fibres. Plus les fibres sont tendues, moins la résine a de place pour se diffuser et donc plus les fibres sont compactes dans le matériau. Finalement, les auteurs montrent que l'augmentation de la

tension d'enroulement est bénéfique lors de chargements où les fibres sont le plus sollicitées, mais que ce n'est pas le cas lorsque la matrice supporte la majorité du chargement. Le même type de conclusions apparaît chez Cohen [Cohen, 1997].

Kim et Lee [Kim et Lee, 2007] indiquent que lorsque l'épaisseur du cylindre en composite augmente, les contraintes résiduelles dues à une dilatation thermique anisotrope augmentent également, ce qui induit des endommagements interlaminaires.

Afin d'estimer les contraintes résiduelles thermiques dues au procédé de fabrication, une nouvelle technique expérimentale a été mise au point par les auteurs. Il s'agit d'une expérience de traction sur un cylindre épais pré-découpé radialement. L'innovation réside dans le fait que la connaissance des propriétés du matériau n'est pas nécessaire. Ils utilisent les déformations obtenues lors de la découpe radiale et la rigidité obtenue suite aux essais de traction. Ce type d'essai nécessite des diamètres de tubes plutôt faibles et de grandes épaisseurs, ce qui limite les applications.

D'un autre côté, Binienda et Yang [Binienda et Wang, 1999] cherchent une méthode pour éliminer les contraintes résiduelles dans des tubes fabriqués par enroulement filamentaire. Pour cela, lors du processus de fabrication, ils utilisent un mandrin extensible permettant d'appliquer une précontrainte.

Quoiqu'il en soit, il s'avère plus judicieux et méticuleux d'utiliser des éprouvettes tubulaires, étant donné que leur découpe axiale provoque un relâchement de contraintes. En effet, les éprouvettes extraites de cylindres montrent un rayon de courbure plus faible que celui du cylindre dont elles sont extraites, ainsi qu'un gauchissement. Le gauchissement est principalement dû au fait que la stratification du composite n'est pas symétrique. Le matériau ainsi obtenu ne sera donc pas le plus représentatif.

1.4 Essais statiques

Les essais normalisés généralement utilisés sont présentés en annexe A. Ils permettent une caractérisation directe des propriétés élastiques et à rupture des matériaux composites.

L'objectif principal de cette caractérisation est d'obtenir les propriétés mécaniques du composite étudié afin de prédire son comportement *via* des modèles numériques. Pour déterminer les propriétés dans le sens axial, la norme NF EN 1393 [NF EN 1393, 1996] (Annexe A.1) présente des essais de traction simple sur des éprouvettes courbes. Par ailleurs, les normes NF EN 1394 [NF EN 1394, 1996] et NF EN 1228 [NF EN 1228, 1996] (Annexes A.2 et A.3) définissent respectivement des essais de traction et de compression circonférentielle sur des tubes, pour l'obtention des propriétés du composite dans le sens orthoradial, *i.e.* selon la circonférence du tube. La dimension des éprouvettes est restreinte sur l'essai de traction circonférentielle selon la fabrication du montage expérimental. L'essai de compression n'a en revanche pas cette limite.

Un exemple de méthodes analytiques est dans un premier temps présenté. Ces dernières permettent la détermination de manière directe des propriétés du matériau. Pour cela, des formules théoriques sont disponibles. En voyant les limites de cette méthode, la méthode inverse couplée à une optimisation s'intègre dans le second temps de cette section.

1.4.1 Méthode analytique

L'essai de compression circonférentielle, aussi appelé essai de flexion annulaire permet d'accéder au module circonférentiel d'une structure tubulaire. La norme NF EN 1228 [NF EN 1228, 1996], destinée aux composites à matrice thermodurcissable et fibres de verre, utilise une formule analytique pour cette détermination (Equation 1.1). Cette formule doit son origine à Timoshenko [Timoshenko, 1966] lors de son étude sur la flexion de poutres minces où il prend l'exemple d'un anneau comprimé par deux forces diamétralement opposées. Son étude néglige l'effet de l'effort tranchant.

$$E_\theta = \frac{f F d_m^3}{L y I} \quad (1.1)$$

avec F force appliquée (N);
 d_m diamètre moyen du tube (m);
 L longueur du tube (m);
 y flèche (m);
 I moment quadratique longitudinal pour une longueur unitaire de tube
 $I = \frac{h^3}{12} (m^3)$ avec h l'épaisseur du tube;
 f coefficient de déflexion $f = (1860 + 2500 \frac{y}{d_m}) 10^{-5}$.

Cette formule analytique donne le module de l'empilement du composite. Elle ne permet pas d'accéder aux propriétés du pli unidirectionnel à moins que le tube testé ait un empilement unidirectionnel. La méthode directe montre ici ses limites. Afin de permettre cette caractérisation, le paragraphe suivant présente les spécificités d'une méthode inverse.

1.4.2 Méthode inverse et optimisation

La méthode inverse consiste en la détermination de paramètres rendant compte de mesures obtenues. Cette résolution se fait à l'aide d'un modèle numérique et d'une méthode d'optimisation. De nombreux domaines scientifiques ont recouru à ce procédé : la géophysique, l'imagerie médicale, la cosmologie, *etc.* En mécanique, l'analyse inverse est utilisée pour optimiser la masse ou la forme d'une structure, pour calculer des paramètres matériau, *etc.* [Gavrus, 1996] [Lazuardi, 1998]. Plusieurs étapes constituent la méthode :

- choix des essais expérimentaux et des conditions de sensibilité ;
- construction du modèle numérique pouvant simuler les essais expérimentaux ;
- construction de la fonction objectif ;
- formulation d'un algorithme d'optimisation ;
- choix du critère d'arrêt.

Pour la première étape, un large éventail d'essais est possible. Il s'agit ici de considérer des essais simples à réaliser à la fois expérimentalement et numériquement. L'important étant d'avoir une bonne connaissance des paramètres d'entrée ainsi que de la réponse. L'indentation est souvent utilisée comme essai mécanique dans la procédure de méthode inverse [Karimpour *et al.*, 2013] [Breuils *et al.*, 2009]. Le modèle numérique est généralement réalisé avec un logiciel de calculs par éléments finis.

La fonction « objectif » f , aussi appelée fonction « coût », est une expression reliant la réponse expérimentale Re et la réponse numérique Rm . Elle s'écrit généralement au sens de la méthode des moindres carrés (MC) (Equation 1.2). Cette fonction somme des termes quadratiques où les quantités sont adimensionnées sur les données expérimentales afin de permettre une comparaison :

$$f = \sum_i \left(1 - \frac{Rm_i}{Re_i} \right)^2 \quad (1.2)$$

Dans cette écriture, la fonction « coût » affecte à toutes les réponses une même importance. Or, par souci de rigueur, il convient d'utiliser la formulation sous la forme pondérée (MCP) (Equation 1.3) où β_i sont les coefficients de pondération :

$$f = \sum_i \beta_i \left(1 - \frac{Rm_i}{Re_i} \right)^2 \quad (1.3)$$

Le but est de minimiser la fonction « objectif ». L'erreur entre la réponse expérimentale et la réponse du modèle se veut être la plus faible possible. En effet, le jeu de paramètres P_j pour lequel le minimum global de la fonction « coût » est atteint, constituera la solution du problème d'optimisation. La résolution du problème d'optimisation peut être obtenue par plusieurs méthodes. Gavrus [Gavrus, 1996] les classe en trois catégories :

- méthodes de régression linéaire ;
- méthodes d'évaluations successives (*eg.* algorithme de type simplex, méthode de Monte-Carlo) ;
- méthodes itératives de type gradient (*eg.* algorithmes de Gauss-Newton et de Levenberg-Marquart).

Les méthodes précédentes sont limitées puisqu'elles recherchent une solution exacte au problème. Un autre groupe de méthodes d'optimisation existe. Elles sont appelées les méthodes incomplètes, et parmi elles on trouve les méta-heuristiques. Elles sont inspirées de la nature. Par exemple, les algorithmes génétiques, les réseaux de neurones, les colonies de fourmis et les essaims de particules [Kennedy et Eberhart, 1995] font partie des plus connus. Cette dernière technique est présentée et justifiée dans le prochain chapitre (section 3.4.2.4). Elle porte le nom de *PSO* pour *Particle Swarm Optimization* en anglais.

La technique d'optimisation permet d'obtenir des paramètres matériau par méthode inverse. En effet, l'expérience seule ne suffit pas pour les déterminer. La modélisation réalisée sert d'outil à l'optimisation. Plusieurs jeux de paramètres matériau sont testés *via* la simulation numérique. La méthode d'optimisation choisit les meilleurs jeux et par itérations successives, elle permet d'aboutir à un jeu solution. La figure 1.12 montre le schéma de principe d'une optimisation par méthode inverse.

Afin de minimiser le temps de calcul, l'espace de travail est borné à des propriétés du matériau réalistes. C'est ce que l'on appelle une optimisation sous contrainte.

Le critère d'arrêt est comme son nom l'indique la condition qui stoppera la procédure d'optimisation et validera un jeu de paramètres solution. Généralement, le critère correspond à une valeur minimum acceptable de la fonction « objectif ». Dans le cas de la méthode PSO, le critère correspond à un écart de valeurs entre deux jeux de paramètres successifs. Si cet écart devient inférieur à 10^{-8} alors la procédure d'optimisation s'arrête. Il s'agit de la valeur par défaut. Son choix dépend de la précision souhaitée sur les résultats et du temps de calcul à disposition.

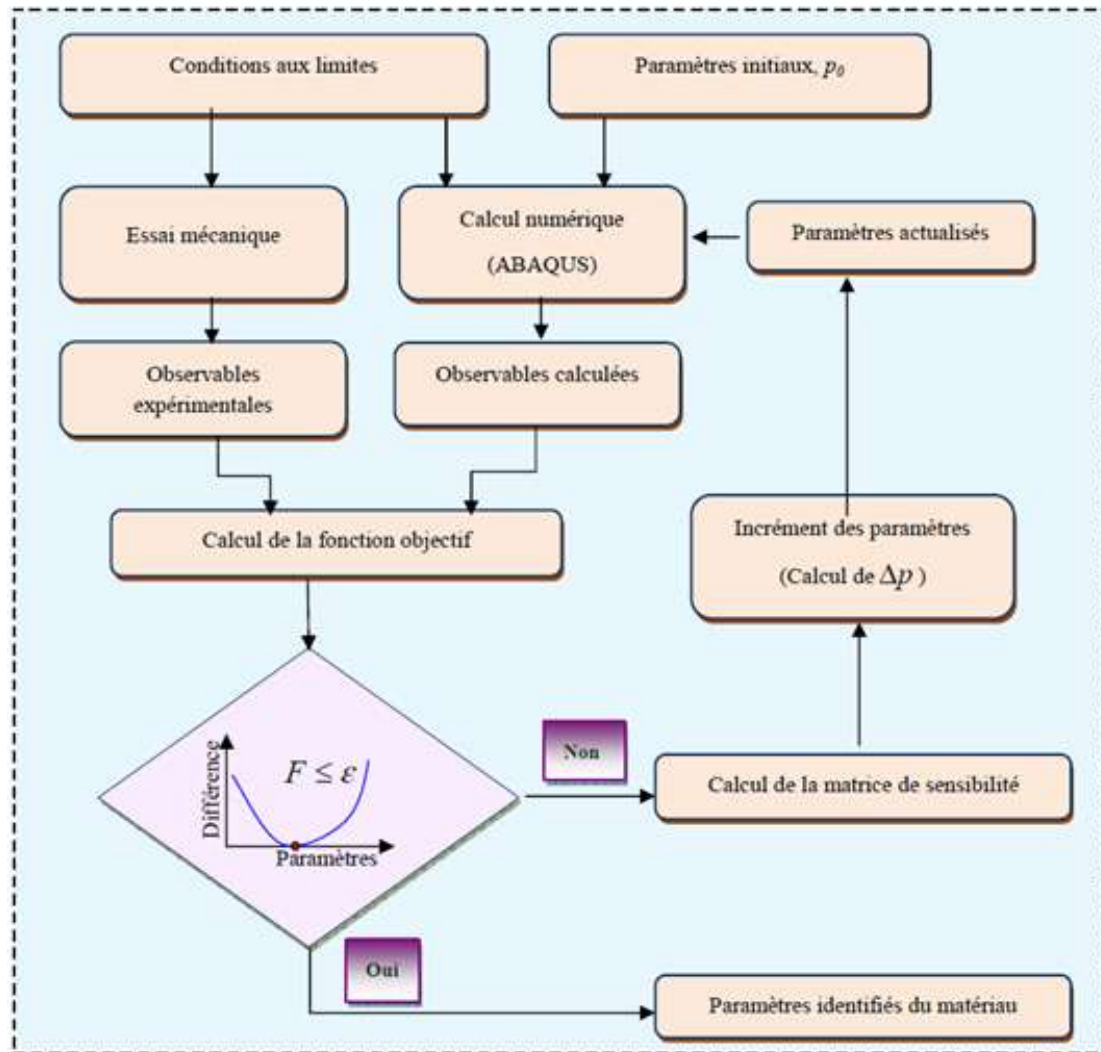


FIGURE 1.12 – Principe de la méthode inverse [Mohammad Sadeghi, 2010]

1.5 Durabilité

La caractérisation du matériau demande de se pencher sur sa réponse aux essais statiques et dynamiques. La caractérisation *via* les essais statiques a été présentée dans le paragraphe précédent. La durabilité du matériau, c'est-à-dire son aptitude à résister dans le temps est présentée dans cette section. Il faut se concentrer dans un premier temps, sur les chargements simples, et dans un second temps, sur l'effet de leur couplage (*cf.* paragraphe 1.6). La durabilité du matériau composite verre/vinylester est ici déclinée selon quatre aspects :

- Il s'agit tout d'abord de présenter son comportement vis-à-vis d'essais de fatigue ;
- Ensuite, sa résistance à l'impact est exposée ;
- Le paragraphe 1.5.4 traite du vieillissement hygrothermique ;
- Finalement, sa durabilité suite à des essais d'usure est développée.

Il est en revanche avant tout, important de s'intéresser à l'effet de la porosité sur les propriétés du matériau.

1.5.1 Effet de la porosité

Les matériaux composites à base de résine thermodurcissable contiennent des pores. En effet, les procédés de fabrication sont tels que la présence de porosités est inévitable. On trouve toujours au moins 0,5% de porosité [Ledru, 2009].

Afin de déterminer le taux de porosité dans un matériau, plusieurs méthodes existent. Les plus utilisées sont la microtomographie et l'analyse d'image car ils permettent de visualiser les pores [Pilato, 2011] [Ledru, 2009] [Madra *et al.*, 2014]. Néanmoins, une méthode analytique permet également d'estimer le taux de porosité des matériaux composites, en fonction de la densité du composite et de son taux massique de fibres. Heman [Heman, 2008] l'utilise notamment dans le cas de composites en fibres de verre. Cette technique est présentée plus en détails dans la section 3.1 (3.1.1.).

La densité du composite est déterminée selon la norme NF EN ISO 1183-1 [NF EN ISO 1183-1, 2013] qui utilise le principe d'Archimède. Le taux massique de fibres est obtenu par calcination en suivant la norme NF EN ISO 1172 [NF EN ISO 1172, 1999]. La calcination est une technique utilisée pour les composites à base de fibres de verre. Pour les composites en fibres de carbone, la dégradation chimique est utilisée [Ledru, 2009]. Les densités ρ_f et ρ_m sont généralement extraites de la littérature.

La présence de la porosité abaisse généralement les propriétés mécaniques. Ledru [Ledru, 2009] indique que pour un taux de porosité inférieur à 1%, elles n'ont pas d'influence sur la tenue mécanique de la pièce. Par contre, dès que ce seuil est dépassé, la

résistance en cisaillement interlaminaire est affectée [Costa *et al.*, 2001].

Kosmann *et al.* [Kosmann *et al.*, 2015] s'intéressent à l'effet de la porosité sur le comportement de composites tissés verre/époxy en compression. Pour cela, ils utilisent la technique d'émission acoustique pour suivre les endommagements du composite durant l'essai. Ils montrent que le module d'Young chute lorsque le taux de vide augmente tandis que la déformation et la contrainte à rupture sont peu affectées.

Varna *et al.* [Varna *et al.*, 1995] ont réalisé des essais de traction dans le sens transverse des fibres sur un composite en verre/vinylester. Ils concluent que le module d'Young transverse chute de 15% lorsque le taux de porosité vaut entre 4% et 5%. En revanche, l'allongement à rupture augmente et la contrainte à rupture reste stable.

Chambers *et al.* [Chambers *et al.*, 2006] ont notamment investigué l'effet de la porosité sur la résistance en fatigue d'un composite en fibres de carbone *via* des essais de flexion. Finalement, l'augmentation du taux de porosité, diminue à la fois la résistance en flexion statique et les propriétés en fatigue.

Schmidt *et al.* [Schmidt *et al.*, 2012] présentent des résultats sur des tubes en composite à base de fibres de verre fabriqués par RTM. Ils montrent que l'accumulation de pores génère un délaminage prématuré pendant les essais de fatigue, ce qui provoque la rupture de la pièce.

Par ailleurs, Thomason [Thomason, 1995] précise que le facteur qui influence le plus l'absorption d'eau dans les composites verre/époxy est le taux de vide.

1.5.2 Essais de fatigue

Renard [Renard, 2010] présente des généralités sur la fatigue des matériaux composites et les compare aux métaux. Leur courbe d'endurance, représentant le niveau de chargement en fonction du nombre de cycles à rupture, notée S-N, est très souvent linéaire car ils ne plastifient pas. Ils offrent une meilleure performance en traction cyclée que les métaux. Cependant, leur endommagement est plus sévère en compression ou en cisaillement que celui des métaux. Leur résistance en compression est bien plus faible que celle en traction (baisse de 30 à 40%). En fatigue, les matériaux composites sont moins sensibles à l'effet d'entaille que les métaux. La résistance à la fatigue dépend de la nature des fibres, des résines, du drapage et de la qualité des interfaces. Renard conclut que les petites fissurations intra-laminaires dans les plis restent acceptables tandis que ni les délaminages ni les ruptures de fibres ne le sont car ces deux derniers sont critiques pour la pièce en service.

Une grande variété d'essais de fatigue existe [Renard, 2010] [Krawczak, 1997]. Deux types d'essais sont présentés dans la suite. Tout d'abord l'essai en pression interne per-

mettant notamment de dimensionner des bonbonnes, est défini. L'essai en flexion trois points sur appuis rapprochés est spécifié dans le paragraphe 1.5.2.2. Ce dernier est utilisé pour caractériser le matériau au cisaillement.

1.5.2.1 Essai en pression interne

L'essai en pression interne se réalise sur un tube, généralement de faible diamètre et en fonction des capacités machine. La norme américaine ASTM D2992-06 [ASTM D2992-06, 2006] propose un protocole d'essai.

Tarakcioglu *et al.* [Tarakcioglu *et al.*, 2005] et Gemi *et al.* [Gemi *et al.*, 2009] ont étudié un composite bobiné verre/époxy en fatigue. Leurs éprouvettes sont des tubes de diamètre 72 mm sollicités en pression interne. Ils constatent que sous l'effet d'un chargement en fatigue, la structure blanchit. Ce phénomène correspond à la rupture de la matrice *i.e.* à de la fissuration. L'endommagement (le blanchiment) a lieu suivant la direction des fibres. Pour de hauts niveaux de chargement, la rupture des fibres contrôle l'endommagement final, tandis que pour de bas niveaux, la rupture finale fait plutôt suite à l'endommagement de la matrice. L'augmentation de la contrainte maximale du chargement conduit à un blanchiment, un rétrécissement et un élargissement plus prononcés de la structure.

En comparant ces deux articles, l'effet de l'angle d'enroulement sur la réponse du matériau est visible. Rosenow [Rosenow, 1984] a notamment étudié ce phénomène pour différents types de chargement. Il conclut que l'angle d'enroulement optimal pour résister à des chargements en fatigue en pression interne est $\pm 75^\circ$.

Les observations d'Echtermeyer *et al.* [Echtermeyer *et al.*, 1995] montrent qu'un essai en fatigue ne conduit pas toujours à une rupture de la structure. En effet, pour un très faible niveau de chargement, une saturation de l'endommagement est atteinte et les fissures ne se propageront pas.

1.5.2.2 Essai en flexion sur appuis rapprochés

La norme NF EN ISO 14130 [NF EN ISO 14130, 1998] présente un essai quasi-statique en flexion sur appuis rapprochés. Cet essai permet de déterminer la résistance en cisaillement interlaminaire τ (équation 1.4). En effet, l'objectif de cet essai est de favoriser une rupture par cisaillement interlaminaire. Pour cela, il faut réduire l'effet de la contrainte normale σ (équation 1.5).

$$\tau = \frac{3F}{4bh} \quad (1.4)$$

$$\sigma = \frac{3FL'}{2bh^2} \quad (1.5)$$

avec F force à la rupture ou force maximale (N) ;
 L' distance entre appuis (mm) ;
 b largeur de l'éprouvette (mm) ;
 h épaisseur de l'éprouvette (mm).

Afin de négliger la contrainte normale σ par rapport à la contrainte de cisaillement τ , il faut prendre un rapport L'/h faible. Roudet [Roudet, 1998] précise qu'on parle d'essai de flexion trois points avec cisaillement prépondérant dès que $L'/h \leq 15$.

La norme française NF EN ISO 14130 [NF EN ISO 14130, 1998] et la norme américaine ASTM D2344 [ASTM D2344, 2000] préconisent des rapports de dimensions des éprouvettes par rapport à l'épaisseur h , où L est la longueur de l'éprouvette (tableau 1.1). Par ailleurs, au-delà des dimensions des éprouvettes, les rayons des poinçons sont également recommandés. r_1 est le rayon de l'appui supérieur et r_2 celui des appuis inférieurs (figure 1.13).

	NF EN ISO 14130	ASTM D 2344	[Roudet, 1998]
L/h	10	6	16,7
b/h	5	2	1,67
L'/h	5	4	7,5
r_1 (mm)	5	3	11
r_2 (mm)	2	1,5	5

TABLEAU 1.1 – Dimensions des éprouvettes et rayons des poinçons pour des essais de flexion sur appuis rapprochés

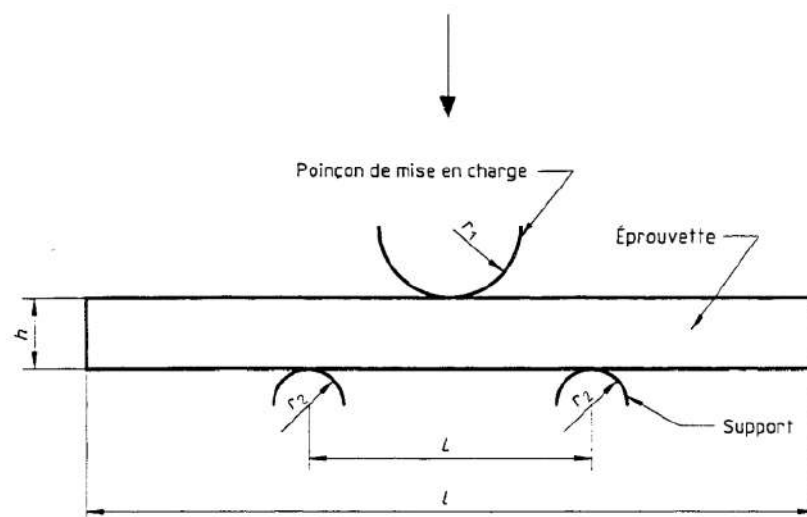


FIGURE 1.13 – Schéma d'essai de flexion [NF EN ISO 14130, 1998]

Roudet [Roudet, 1998] détaille et compare plusieurs types d’essais de cisaillement. Elle choisit l’essai de flexion sur appuis rapprochés pour sa facilité de mise en place. Ses éprouvettes sont en verre/époxy dont les dimensions sont données dans le tableau 1.1. Dans son cas, l’épaisseur est égale à 6 mm. Elle a réalisé une série d’essais et de simulations numériques permettant de sélectionner une distance entre appuis et des rayons de supports minimisant les contraintes de compression afin d’obtenir des essais de flexion trois points avec un cisaillement prépondérant.

L’essai de flexion sur appuis rapprochés est notamment utilisé pour comparer des matériaux sur leur tenue au cisaillement interlaminaire. On parle de *Interlaminar Shear Stress* (ILSS) en anglais. [Kotik et Ipiña, 2015]

L’essai est également utilisé en comparaison avec d’autres types d’essais de cisaillement. Par exemple, Degallaix *et al.* [Degallaix *et al.*, 2002] le comparent avec des essais sur des cubes. May et Hallett [May et Hallett, 2010] proposent quant à eux des essais sur éprouvettes entaillées, appelés *Double Notched Shear* (DNS) en anglais.

Berg *et al.* [Berg *et al.*, 1972] ainsi que Whitney et Browning [Whitney et Browning, 1985], qui se basent sur la norme américaine ASTM D2344, indiquent que pour du carbone/époxy les modes de rupture sont complexes. La présence d’un champ de compression a tendance à supprimer la rupture en cisaillement interlaminaire. En effet, des fissures verticales apparaissent et conduisent à des endommagements couplés compression-cisaillement.

1.5.3 Essais d’impacts

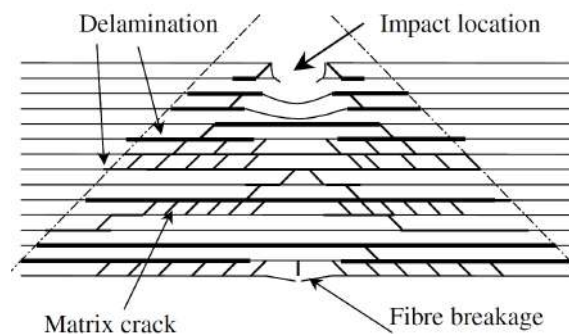
Les études sur l’impact se limitent ici aux faibles vitesses et faibles masses, pour simuler par exemple la chute d’un outil sur la structure. Le moyen expérimental associé à cette gamme de vitesses est la tour de chute ($v_{proj}^{max} \approx 7 \text{ m/s}$ pour une hauteur de chute de 3 m). Le principe consiste à lâcher une masse guidée par deux colonnes d’une certaine hauteur. Un dispositif anti-rebond peut être présent pour empêcher des impacts successifs. L’impacteur est généralement instrumenté d’un capteur permettant de mesurer la force d’impact (capteur piézoélectrique ou accéléromètre). Un exemple de tour de chute est présenté sur la figure 1.14.

La figure 1.15 présente un schéma d’endommagement typique de composite impacté. Il apparaît un cône d’endommagement, appelé couramment cône de Hertz. La figure 1.16 montre les endommagements internes au composite générés par un impact. Du délaminage (fissures horizontales) et des fissures radiales de la matrice (sens vertical) sont observables. Des observations avec une vidéo rapide confirment que les fissures inter-laminaires se



FIGURE 1.14 – Tour du chute de l'ENSAM Bordeaux

développent dans un premier temps, puis elles viennent fragiliser les interfaces, facilitant ainsi l'apparition de délaminage.

FIGURE 1.15 – Schéma d'endommagement typique de composite impacté [Petit *et al.*, 2007]

Schoeppner et Abrate détaillent, dans leur publication [Schoeppner et Abrate, 2000], les preuves de l'existence d'une force seuil de délaminage. Celle-ci dépend fortement de l'épaisseur du stratifié et de l'énergie d'impact. Les auteurs montrent la présence d'un délaminage dans le stratifié dès lors qu'une chute soudaine de la force d'impact est observée. Ils ont constitué une base de données pour des composites en fibres de carbone.

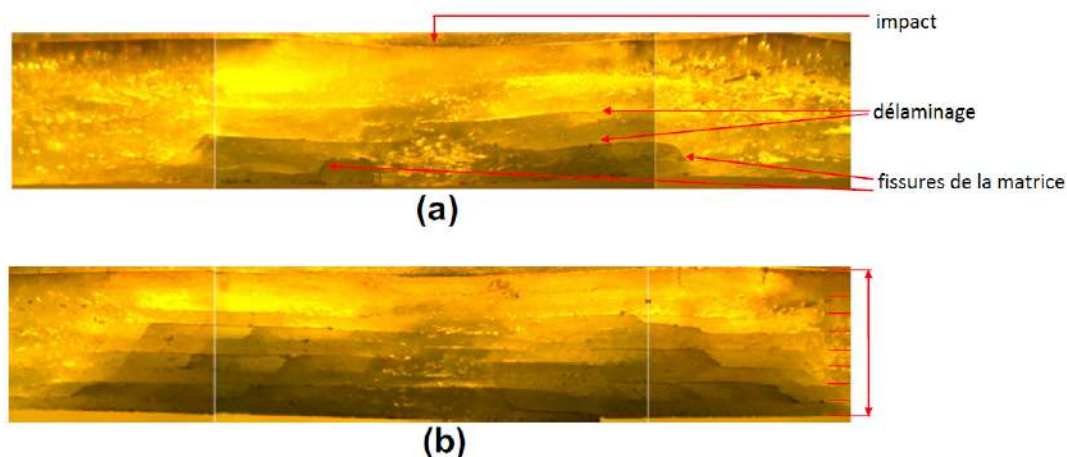


FIGURE 1.16 – Vues en coupe de tubes en verre/époxy après impact de (a) 5J et (b) 10J [Uyaner *et al.*, 2014]

1.5.3.1 Effet de courbure

Kistler et Waas [Kistler et Waas, 1999] se sont penchés, par ailleurs, sur l'effet de la courbure de l'échantillon sur sa réponse à l'impact. Ils concluent qu'une augmentation de l'épaisseur du stratifié réduit les déformations induites par l'impact et diminue l'importance des effets de courbure.

Kim *et al.* [Kim *et al.*, 1997] montrent analytiquement que la zone de délaminage pour un même impact est plus étendue pour les éprouvettes courbes que les plates.

1.5.3.2 Forme des impacteurs

Mitreviski *et al.* [Mitreviski *et al.*, 2006] testent quatre formes de projectile sur un même composite et les comparent. Finalement, les éprouvettes impactées par les projectiles coniques sont celles qui ont absorbé le plus d'énergie et qui ont créé la plus grande profondeur d'endommagement. En revanche, les éprouvettes impactées par des projectiles plats ont produit le plus haut pic de force et donc le plus court temps de contact entre l'impacteur et la cible. La surface de contact entre l'impacteur et la cible se révèle donc bien être un facteur déterminant dans la sévérité de l'endommagement.

Dans les articles de Sevkat *et al.* [Sevkat *et al.*, 2013] et Dhakal *et al.* [Dhakal *et al.*, 2012], les conclusions sont identiques.

1.5.3.3 Multi-impacts

De Morais *et al.* [de Morais *et al.*, 2005b] choisissent d'effectuer des expériences de multi-impacts sur le carbone/époxy avec différentes séquences d'empilement. Ils montrent

que le composite avec des plis croisés et celui non symétrique ont une meilleure résistance aux multi impacts que les composites unidirectionnels.

Dans une seconde publication [de Morais *et al.*, 2005a], De Morais *et al.* s'intéressent à l'effet de l'épaisseur du stratifié sur les multi-impacts. Ils prouvent que ce paramètre n'est pas le seul facteur influençant la résistance du matériau, mais que cela dépend aussi des fibres utilisées. En effet, le tissu à fibres de verre montre de meilleures performances face aux tissus en carbone ou en aramide, car il possède les fibres les plus fines.

1.5.3.4 Solutions pour pallier à l'endommagement après impact

L'endommagement par impact d'un stratifié entraîne des fissures dans les plis et des délaminages aux interfaces. Afin de limiter voire supprimer le décollement entre des plis successifs, trois types de solutions sont généralement employés :

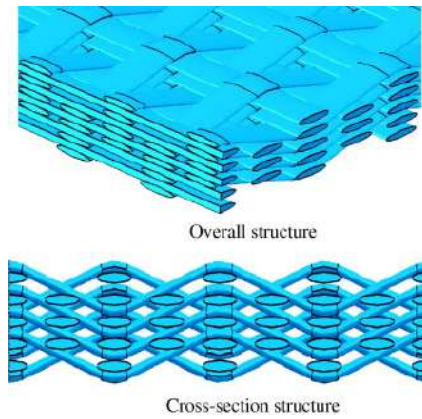
- réduire l'angle entre deux plis successifs ;
- protection souple pour que l'impacteur rebondisse ;
- bouclier composite avec des renforts dans l'épaisseur.

L'intérêt se porte dans la suite sur des solutions composites avec des renforts dans le sens de l'épaisseur. Les tissus 3D, les interlocks, les coutures de stratifié et le procédé d'aiguilletage ou piquage ont été créés pour pallier à ces problèmes d'endommagement. Des schémas de ces structures sont exposés sur la figure 1.17.

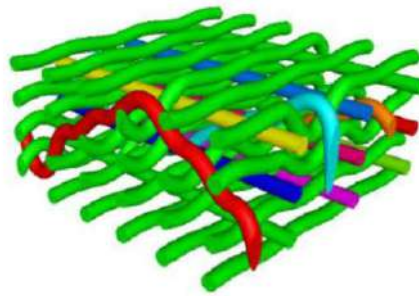
Tan *et al.* [Tan *et al.*, 2012] étudient le comportement à l'impact de composites piqués dans l'épaisseur (figure 1.17 (c)). Par rapport à un composite non piqué, il a une plus grande résistance au délaminage et voit son taux de restitution d'énergie augmenter. Le constat est tel que la zone de délaminage diminue lorsque la densité d'aiguillage ou lorsque la fraction volumique de fibre piquée (V_{ft}) augmente. Cependant, au-delà de $V_{ft} = 0,4\%$, la zone délaminée diminue peu. Ils observent une réduction maximale de 40% de la surface délaminée.

Tanzawa *et al.* [Tanzawa *et al.*, 1999] testent des structures interlocks carbone/époxy pour estimer leur résistance interlaminaire (figure 1.17 (a)). Avec un taux volumique de fibres de 0,77% rajoutées dans l'épaisseur, la rigidité est multiplié par 6 par rapport au stratifié.

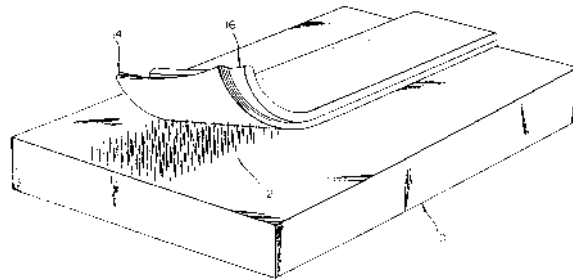
Lascoup *et al.* [Lascoup *et al.*, 2010] ont quant à eux, cousus à 45° des matériaux sandwichs, puis les ont testés à l'impact. Ils concluent que l'amélioration effectuée par la présence de piqures est importante, concernant à la fois l'effort maximum et la rigidité. Les piqures permettent de réduire la pénétration du projectile par absorption d'énergie. La rupture par délaminage disparaît sur les sandwichs piqués.



(a) Exemple d'angle-interlock 3D [Hou *et al.*, 2013]



(b) Exemple de tissu 3D [Provost, 2013]



(c) Procédé d'aiguilletage [Pannell, 1996]

FIGURE 1.17 – Schémas de structures

Les conclusions de ces auteurs prouvent que les structures piquées ou en 3D ont une meilleure résistance dans l'épaisseur. Il faut cependant se rappeler que ces piqures alourdissent généralement la structure. Le compromis entre efficacité et légèreté est toujours valable.

1.5.3.5 Compression après impact

Dans des essais liés à la durabilité, il est important de pouvoir suivre l'évolution des propriétés résiduelles des matériaux. La compression après impact (CAI) est un essai souvent utilisé. Il permet de connaître les caractéristiques matériau résiduelles en compression, notamment sa contrainte résiduelle en compression. Ce mode de chargement va faciliter l'ouverture des délaminages et abaisser le niveau de rupture. Ce type d'essai

montre également la présence ou non de délaminage. L'attention se dirige particulièrement sur la compression après impact d'éprouvettes courbes (figure 1.18).

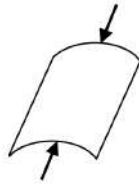


FIGURE 1.18 – Compression sur une éprouvette courbe

Des auteurs comme Short *et al.* [Short *et al.*, 2002] et Ambur et Starnes [Ambur et Starnes, 1998] ont expérimenté l'effet de la courbure sur la réponse du matériau à l'impact. Short *et al.*, qui sollicitent des éprouvettes en verre/époxy, concluent que la différence est minime en ce qui concerne la tenue résiduelle en compression entre les éprouvettes plates et courbes. En revanche, Ambur et Starnes montrent que pour des éprouvettes en carbone/époxy avec de faibles rayons de courbure (autour de 380 mm), la contrainte résiduelle en compression est plus petite que pour des éprouvettes plates mais qu'elle devient plus grande lorsque le rayon de courbure dépasse 760 mm.

1.5.4 Vieillissement

Dans cette section, l'état de l'art sur la durabilité en vieillissement hygrothermique est exposé. Dans un premier temps, une définition du vieillissement est donnée, puis des modèles de diffusion sont présentés. Enfin, le dernier paragraphe de cette section concerne le vieillissement des résines vinylester et composites verre/vinylester.

1.5.4.1 Généralités

Le vieillissement d'un matériau correspond à l'évolution de ses propriétés dans le temps, et plus particulièrement sous une contrainte d'utilisation. Dans le manuscrit de thèse de Regazzi [Regazzi, 2013], une présentation détaillée du vieillissement est donnée. Il existe plusieurs catégories de vieillissement : thermique, hydrique, mécanique, *etc.* L'étude de la durabilité d'un matériau, *i.e.* son aptitude au vieillissement, correspond généralement à un couplage de ces catégories. Un mécanisme intervient rarement seul.

Le vieillissement d'un matériau se manifeste par des modifications microscopiques. Les conséquences sont soit temporaires, soit irréversibles. Lorsque la cause responsable du vieillissement est supprimée, le matériau retrouve ses propriétés initiales ou ces dernières sont altérées suite à un endommagement irréversible.

Dans ce paragraphe, on se focalise sur l'action de l'environnement climatique en jouant sur les paramètres de température et d'humidité. Il s'agit des deux premières catégories. La

troisième correspond à des chargements mécaniques, comme de la fatigue (*cf.* paragraphe 1.5.2). En laboratoire, on reproduit ces conditions environnementales artificiellement dans une enceinte climatique ou un dessiccateur (figure 1.19). Pour fixer l'humidité relative dans le dessiccateur, des solutions salines sont réalisées [Wexler et Hasegawa, 1954].



(a) Enceinte climatique (b) Dessiccateur

FIGURE 1.19 – Moyens expérimentaux pour reproduire un environnement humide

L'intérêt se porte dans ce qui suit sur le principe et les mécanismes du vieillissement hygrothermique, *i.e.* un vieillissement dans une atmosphère humide et/ou chaude.

Différentes méthodes expérimentales existent pour estimer la quantité d'eau absorbée suite à un vieillissement humide. Elles nous permettent de connaître le moment à partir duquel le matériau est à saturation, *i.e.* lorsque le matériau n'absorbe plus d'eau.

Le suivi de la masse est très classique. Cette technique consiste à peser l'échantillon mis dans l'enceinte à différents instants de vieillissement. L'augmentation de la masse implique une absorption de matière. Lorsque la masse se stabilise, on arrive à saturation. Pour faire le suivi de la masse, un échantillon test du même matériau et de taille réduite est généralement utilisé. La balance qui mesure la masse doit être très précise : 0,1mg.

La norme NF EN ISO 62 [NF EN ISO 62, 2008] sert de référence pour la détermination de l'absorption d'eau dans les plastiques et les composites. Le taux de prise de masse M_t se mesure suivant la formule 1.6.

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \quad (1.6)$$

où m_0 est la masse de l'échantillon avant vieillissement et m_t la masse de l'échantillon à l'instant t du vieillissement.

1.5.4.2 Modèles de diffusion

L'eau se diffuse dans le matériau et interagit avec ses constituants. Des mécanismes empiriques permettent de modéliser la diffusion de l'eau dans la matière. Ici deux lois sont

présentées, mais il en existe de nombreuses autres [Ledru, 2009].

Loi de Fick

La loi de Fick est le mécanisme de diffusion le plus simple car il correspond à une absorption d'eau sans interaction chimique avec la matière. Il est régi par une équation différentielle représentant la quantité d'eau absorbée c en fonction du temps t , et de sa position (x, y, z) :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (1.7)$$

où D est le coefficient de diffusion. Ici on considère que l'absorption n'a lieu que suivant l'axe x . Or les composites ne présentent pas les mêmes propriétés dans toutes les directions, et l'absorption est donc différente. La loi de Fick généralisée en 3D s'écrit :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_1 \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} + D_2 \frac{\partial^2 c}{\partial y^2} + D_3 \frac{\partial^2 c}{\partial z^2} \quad (1.8)$$

où D_1 , D_2 et D_3 sont respectivement les coefficients de diffusion suivant x , y et z .

Le coefficient de diffusion D varie selon le couple eau/matière et la température T . Il suit généralement la loi d'Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_D}{RT}\right) \quad (1.9)$$

où E_D est l'énergie d'activation de la diffusion, et R la constante des gaz parfaits.

Dans le cas d'un vieillissement humide de type fickien, le taux d'humidité ne rentre pas en jeu et ainsi le coefficient de diffusion est constant quelle que soit l'humidité relative de l'environnement. L'objectif est d'obtenir les coefficients de diffusion dans les trois directions. Pour cela, il faut privilégier la diffusion dans une direction en utilisant des configuration qui permettent de négliger les deux autres. Couramment, la diffusion est réalisée sur une éprouvette dont l'épaisseur est négligeable devant sa longueur et sa largeur.

Le coefficient de diffusion D est proportionnel au carré de la pente du début de la courbe d'absorption (partie linéaire). L'allure typique d'une courbe fickienne est présentée sur la figure 1.20. Après résolution de l'équation 1.7 et simplification, le coefficient de diffusion est régi par la formule 1.10.

$$D = \frac{\pi}{16} h^2 \left(\frac{M_t / \sqrt{t}}{M_\infty} \right)^2 \quad (1.10)$$

avec h l'épaisseur de l'éprouvette, M_∞ le taux de saturation en eau et M_t le taux massique d'eau absorbée au temps t . Le rapport $M_t / \sqrt{t}$ correspond à la pente de la partie linéaire de courbe d'absorption. Cette formule est valable « aux temps courts », c'est-à-dire sur la

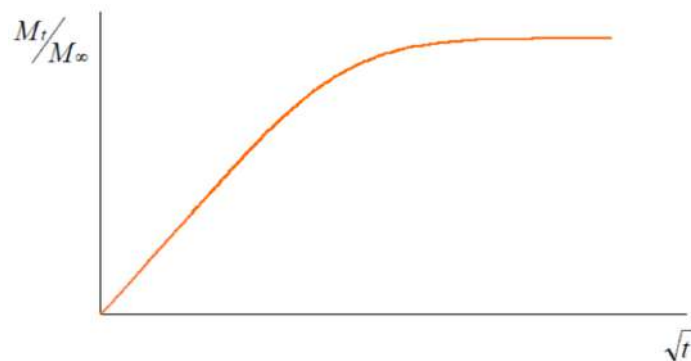


FIGURE 1.20 – Cinétique d'absorption de type fickien [Boisseau, 2011]

partie linéaire de la courbe. Aux temps longs, le taux de prise en eau est régi par l'équation 1.11.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{Dt\pi^2}{h^2}\right) \quad (1.11)$$

Loi de Langmuir

De la même façon, le mécanisme de Langmuir estime la diffusion de la matière absorbée, mais en tenant compte des interactions avec l'eau. Carter et Kibler [Carter et Kibler, 1978] présentent un modèle analytique basé sur la loi de Langmuir. Ils distinguent deux types de molécules : celles dites « libres » si elles ne subissent pas d'interactions, et celles dites « liées » si elles en subissent. On note n le nombre de molécules libres et N le nombre de molécules liées. Ces deux types de molécules sont régis par les équations différentielles suivantes :

$$\frac{\partial n}{\partial t} = D \frac{\partial^2 n}{\partial x^2} - \frac{\partial N}{\partial t} \quad (1.12)$$

$$\frac{\partial N}{\partial t} = \gamma n - \beta N \quad (1.13)$$

où γ est la fraction de molécules libres (à t) puis piégées (à $t + dt$)
et β la fraction de molécules piégées (à t) puis libérées (à $t + dt$).

Les paramètres D , γ et β peuvent être déterminés grâce aux courbes d'absorption. La figure 1.21 présente une cinétique typique d'une absorption selon le modèle de Langmuir. L'équation 1.10 correspondant au modèle fickien devient l'équation 1.14 pour le modèle de Langmuir.

$$D = \left(\frac{\gamma + \beta}{\gamma}\right)^2 \frac{\pi}{16} h^2 \left(\frac{M_t \sqrt{t}}{M_\infty}\right)^2 \quad (1.14)$$

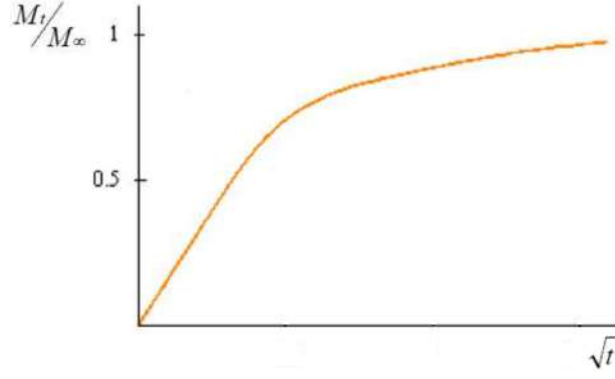


FIGURE 1.21 – Cinétique d’absorption selon le mécanisme de Langmuir [Boisseau, 2011]

Cette dernière est valable dans la partie linéaire de la courbe ($Dt/h^2 < 0.04$). Ensuite, pour $Dt/h^2 > 0.04$, le taux de prise d’eau est donné par la formule 1.15.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{\gamma}{\gamma + \beta} \exp(-\gamma t) \quad (1.15)$$

Pour obtenir les paramètres γ et β , il faut extrapoler la fin de la courbe M_t/M_∞ en fonction du temps avec une fonction exponentielle. On obtient directement γ et le facteur $\frac{\gamma}{\gamma + \beta}$ où l’on peut extraire β .

1.5.4.3 Résines vinylester et composites verre/vinylester en environnement humide et chaud

Avant de s’intéresser au composite, une étude du vieillissement humide du vinylester est réalisée. En effet, connaître le comportement de la résine seule permet d’appréhender les paramètres mis en jeu lors du vieillissement du composite. L’intérêt se porte ainsi, dans un premier temps, sur la tenue à l’hydrolyse du vinylester.

Ganem [Ganem, 1992] s’est attachée à étudier ce matériau et à comprendre l’influence de différents paramètres, tels que le taux de styrène ou la structure chimique. Elle montre que la bonne résistance à l’hydrolyse du vinylester par rapport au polyester, est due à ses fonctions ester qui lui confère une bonne stabilité chimique. En effet, les fonctions ester qui réagissent avec les molécules d’eau selon la réaction d’hydrolyse présentée sur la figure 1.22, sont moins nombreuses dans le vinylester que dans le polyester [Pays, 1997].

Heman [Heman, 2008] indique que les résines vinylesters sont plus stables à l’hydrolyse que les résines polyesters ou époxydes. Elle écarte également le mécanisme de vieillissement dû au gonflement et à la plastification de la matrice par l’eau. Seule la dégradation interfaciale serait donc mise en jeu.

Li [Li, 1998] a également étudié ce matériau. Elle présente l’influence du taux de styrène sur la dureté du vinylester, sa viscosité, son taux de retrait ou encore sur sa

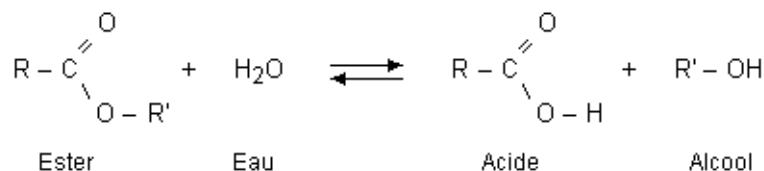


FIGURE 1.22 – Hydrolyse d’une fonction ester

température de transition vitreuse.

Courbes de diffusion

La courbe d’absorption d’eau du vinylester est de forme fickienne pour des températures basses ($< 50^\circ\text{C}$). Au-delà, certains auteurs observent différents phénomènes. Après le palier de saturation, il peut apparaître une perte de masse pour des températures élevées ($> 80^\circ\text{C}$) [Ganem, 1992].

Par ailleurs, Heman [Heman, 2008] qui a réalisé l’hydrolyse du vinylester à 70°C , observe une courbe d’absorption non fickienne ce qui est selon elle, « typique d’un endommagement osmotique ». Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] qui ont réalisé des immersions à 60°C , montrent que le comportement de la résine est fickien mais que celui du composite est estimé avec un modèle de Langmuir.

Le tableau 1.2 répertorie différentes études en vieillissement sur la résine vinylester.

La diffusion de l’eau dans les composites est complexe puisqu’elle fait intervenir les constituants du composite : la matrice et les fibres, ainsi que leurs interfaces. Perrot [Perrot, 2006] estime la prise d’eau due uniquement aux fibres et aux interfaces. Pour cela, il soustrait la prise d’eau de la résine seule à la prise d’eau de la résine dans le composite en fonction de la proportion de résine dans le composite.

Le coefficient de diffusion D est un paramètre supposé dépendant uniquement de la température (équation 1.9). Chateauminois *et al.* [Chateauminois *et al.*, 1994] proposent une étude sur le verre/époxy pour différentes dimensions d’éprouvettes et différentes températures d’immersion. Ils montrent que les dimensions de l’éprouvette ont de moins en moins d’influence sur le coefficient de diffusion lorsque la température de l’eau baisse.

Le tableau 1.3 présente pour plusieurs températures de vieillissement, différentes orientations θ et différents taux de fibres V_f dans le composite verre/vinylester, le taux de saturation en eau M_∞ , le coefficient de diffusion D et dans certains cas les coefficients de la loi de diffusion de Langmuir γ et β .

Conditions	T(°C)	M_{∞} (%)	D(cm^2/s)	Références
Eau déminéralisée	23	0,64	6,25E-09	[Karbhari, 2006]
95% HR	30	0,8	0,96E-08	[Ganem, 1992]
95% HR	40	0,8	1,5E-08	[Ganem, 1992]
Eau distillée	40	0,86	-	[Alvarez <i>et al.</i> , 2008]
Eau déminéralisée	40	0,93	1E-08	[Karbhari, 2006]
Eau de mer	40	0,56	0,53E-08	[Perrot, 2006]
95% HR	50	0,8	2,2E-08	[Ganem, 1992]
Immersion	50	0,77	-	[Pays, 1997]
Eau distillée	60	0,8	7,04E-08	[Sobrinho <i>et al.</i> , 2009]
Immersion	60	0,71	8,47E-07	[Ghorbel et Valentin, 1993]
Eau déminéralisée	60	1,26	1,53E-08	[Karbhari, 2006]
85% HR	70	0,49	13,8E-06	[Heman, 2008]
Immersion	70	0,81	17,2E-06	[Heman, 2008]
Eau distillée	80	1,03	-	[Alvarez <i>et al.</i> , 2008]
Immersion	80	1,44	-	[Pays, 1997]
Eau déminéralisée	80	1,4	2,43E-08	[Karbhari, 2006]

TABEAU 1.2 – Taux de saturation en eau M_{∞} et coefficient de diffusion D du vinylester pour différentes conditions

Conditions	T (°C)	V_f (%)	θ	M_{∞} (%)	D (cm^2/s)	Langmuir		Références
						γ (s^{-1})	β (s^{-1})	
Eau déminéralisée	23	62	UD	0,164	1,39E-09	-	-	[Karbhari, 2006]
Immersion	25	60	± 45	6,2	1,64E-09	-	-	[Eslami <i>et al.</i> , 2015]
Immersion	60	54	± 55	1,489	2,78E-10	1,49E-07	4,61E-07	[Ghorbel, 1993]
Immersion	70	54	UD	0,16	7,0E-08	-	-	[Heman, 2008]
Immersion	70	54	UD	0,25	8,6E-08	4,4E-08	6,5E-08	[Heman, 2008]

TABEAU 1.3 – Taux de saturation en eau M_{∞} et coefficient de diffusion D du verre/vinylester pour différentes conditions

Heman [Heman, 2008] propose deux modélisations pour la courbe d'absorption d'un composite verre/vinylester unidirectionnel (UD) immergé dans de l'eau à 70°C. La modélisation de Langmuir s'adapte plus précisément à la courbe expérimentale. En effet, elle permet le suivi de la double pente contrairement à la loi de Fick qui modélise un plateau de saturation. Heman conclue que deux phases sont visibles. La phase libre correspondant aux molécules d'eau faiblement liées est visible dans les premiers temps du vieillissement,

et la phase dite liée où les molécules d'eau sont fortement liées apparaît à saturation. Elle précise que l'expérience est nécessaire et ne peut pas être extrapolée grâce aux courbes de sorption de la résine seule.

Dès lors que les fibres ne sont pas placées perpendiculairement à la surface de contact avec l'eau, le coefficient de diffusion est plus faible [Ghorbel et Valentin, 1993].

Perrot [Perrot, 2006] constate que la diffusion de l'eau de mer dans le composite n'est pas de forme fickienne. Il n'a pas constaté l'apparition du plateau de saturation. Par ailleurs, il indique que la prise d'eau de la résine dans le composite est supérieure à celle de la résine seule. Il considère que la diffusion dans ce composite est donc multiple.

Modifications à l'échelle moléculaire

Différentes expériences existent pour observer un matériau à l'échelle moléculaire. Lors d'un vieillissement humide, l'analyse physico-chimique se fait couramment par des méthodes de spectroscopie (*cf.* partie 2.3.1).

Heman [Heman, 2008] présente le spectre d'absorption d'une résine vinylester bisphénolique A ainsi que ses motifs caractéristiques à partir d'une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Chaque liaison peut-être visible sur le spectre (figure 1.23).

Ce type d'essai est utilisé pour comparer la structure chimique de matériaux. Après des essais de vieillissement, il est alors possible de voir les modifications chimiques induites. En effet, si le matériau est en contact avec des molécules d'eau, il peut réagir avec et ainsi son motif est modifié, des liaisons se créent ou disparaissent.

Heman observe que l'hydrolyse du vinylester n'est pas visible sur les spectres. En effet, la bande ν O-H (3400cm^{-1}) devrait voir son intensité augmenter, ce qui n'est pas le cas. Ceci s'explique par la faible prise en eau des résines vinylester et la présence originale de cette bande, ce qui occulte l'effet de l'eau absorbée. Marque [Marque, 2009] indique que le pic vers 3600cm^{-1} est caractéristique des molécules d'eau libres et que les bandes entre 3300cm^{-1} et 3400cm^{-1} caractérisent les molécules d'eau associées.

Des analyses mécaniques réalisés par des essais dynamiques (*cf.* paragraphe 2.3.2) permettent de visualiser les différentes relaxations du matériau. Chaque relaxation correspond à des mouvements moléculaires propres au matériau. La relaxation principale a lieu à la température de transition vitreuse, c'est-à-dire lorsque le matériau passe d'un état vitreux (solide) à un état caoutchoutique. Les relaxations secondaires modifient plus légèrement la structure du matériau.

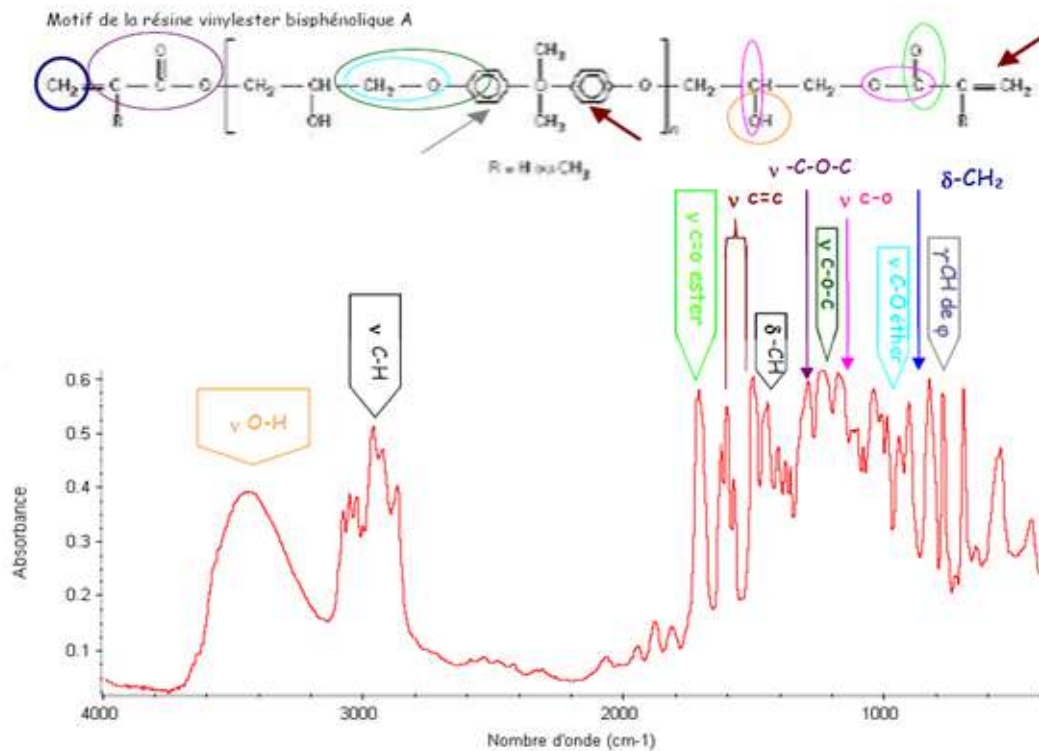


FIGURE 1.23 – Motifs et spectre InfraRouge à Transformée de Fourier (IRTF) d'un prépolymère vinylester [Heman, 2008]

Pour les résines vinylester, trois relaxations secondaires sont observées [Heman, 2008] : γ , γ' et ω qui sont respectivement associées aux températures -104°C , -75°C et 40°C . La relaxation principale α associée à la température de transition vitreuse apparaît à 122°C .

Deux types de phénomènes peuvent se produire lors d'un vieillissement humide :

- plastification (type I) ;
- réticulation secondaire ou post-réticulation (type II).

L'eau modifie l'agencement des réseaux et cela se traduit par un des deux phénomènes précédents. Le premier amène à une diminution de la température de transition vitreuse. Son effet sur les résines vinylester est limité [Heman, 2008]. Le second phénomène est associé à une augmentation de la température de transition vitreuse. Si la réticulation du matériau n'est pas totale, le vieillissement humide va permettre de poursuivre le processus.

Un environnement hygrothermique a généralement pour effet une diminution de la température de transition vitreuse du matériau changeant sa température de service, mais un effet inverse de post-réticulation peut se produire. La plastification du réseau par l'eau permet en effet au système de finir de réticuler. Le mouvement des petites molécules

est alors facilité par le vieillissement humide qui introduit de la mobilité. Les dernières molécules de prépolymères qui n'avaient pas pu réagir, vont pouvoir se combiner.

Des auteurs ont observé au cours du vieillissement ce phénomène de post-réticulation sur des systèmes époxy [Chateauminois *et al.*, 1994] [Lévêque *et al.*, 2005], tout comme sur des résines vinylesters [Maurin *et al.*, 2008]. Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] observent, eux, sur un système vinylester une baisse de T_g dans les premiers temps de vieillissement suivi d'une augmentation de T_g lorsque le matériau est à saturation. Ces deux phénomènes concurrentiels se caractérisent ainsi par une densité de réticulation stable à long terme.

Ghorbel *et al.* [Ghorbel et Valentin, 1993] indiquent que le phénomène de plastification n'est principal que si le réseau est totalement réticulé.

Heman [Heman, 2008] conclue que la température de transition vitreuse reste stable lors d'un vieillissement humide d'une résine vinylester. Cependant, lors d'un vieillissement thermique, cette température augmente et l'amortissement (l'intensité du pic de $\tan\delta$) diminue. Ce phénomène est dû à une post-réticulation liée à la formation des actes de réticulation, qui modifie la structure macromoléculaire, et sont responsables de l'augmentation de la T_g , la quasi-disparition des bandes de relaxation secondaires à basse température, mais aussi d'une augmentation significative du module de conservation à température ambiante. D'autres auteurs montrent qu'en plus de ce phénomène, un autre apparaît appelé « antiplastification interne ». Elle peut avoir lieu lors du vieillissement thermique de matrices thermodurcissables [Terekhina *et al.*, 2013]. Elle est liée aux coupures de chaînes et conduit au contraire à une chute catastrophique de la température de transition vitreuse, mais aussi à une augmentation significative du module de conservation entre T_β et T_α dans un système époxyde.

Les tableaux 1.4 et 1.5 répertorient la température de transition vitreuse pour respectivement différentes résines vinylester brutes et des composites verre/vinylester. Ces données sont extraites de la littérature.

T_g (°C)	Références
130	[Ghorbel et Valentin, 1993]
120	[Heman, 2008]
107	[Herzog <i>et al.</i> , 2005]
134	[Li, 1998]
139	[Nizeyimana, 2012]

TABLEAU 1.4 – Température de transition vitreuse pour différentes résines vinylester

La température de transition vitreuse des résines vinylester et des composites verre/vinylester brutes sont variables d'une étude à l'autre. Le type de résine ainsi que

T_g (°C)	Références
130	[Ghorbel et Valentin, 1993]
148	[Karbhari, 2006]
124	[Heman, 2008]

TABLEAU 1.5 – Température de transition vitreuse pour des composites verre/vinylester

le type de fibres de verre sont des facteurs d'influence, tout comme le taux de styrène de la résine ou encore la densité de réticulation du composite [Li, 1998]. Li montre que T_g augmente tandis que le taux de styrène diminue jusqu'à atteindre un palier à 25% de taux de styrène. En outre, T_g augmente avec la densité de réticulation.

Herzog *et al.* [Herzog *et al.*, 2005] insistent sur l'intérêt de la post-cuisson de la résine vinylester. Ils présentent différentes techniques de post-cuisson et leurs effets sur la température de transition vitreuse. Ils montrent que son effet est significatif sur la résine vinylester. En revanche, les composites verre/vinylester brut et post-cuit montrent une T_g identique dans son étude.

Evolution des propriétés mécaniques

L'intérêt se porte principalement dans ce paragraphe sur le comportement des composites sous des conditions d'humidité. Les conditions environnementales que peuvent subir les matériaux composites en service impliquent la dégradation de leur tenue mécanique. Casari *et al.* [Casari *et al.*, 2006] se sont notamment penchés sur le sujet. Ils pointent le fait que dans une atmosphère humide et chaude, les propriétés mécaniques sont affectées et qu'une relaxation de contraintes se développe.

Assarar *et al.* traitent dans leur publication [Assarar *et al.*, 2011] de l'influence du vieillissement par l'eau sur les propriétés mécaniques du verre/époxy. Ils concluent que seule la résistance en traction est affectée par l'humidité. Par ailleurs, la contrainte à rupture diminue lorsque le temps d'immersion augmente. A saturation, une chute de 10% est observée.

Heman montre que seulement 83% des propriétés mécaniques du composite verre/vinylester sont retrouvées après séchage. Le phénomène de vieillissement hygrothermique n'est pas réversible. L'immersion dans de l'eau à 70°C endommage la résine et le composite. Ce phénomène est associé au jaunissement des matériaux. Par ailleurs, Heman observe un gonflement de la résine vinylester lors de son vieillissement dans une eau à 70°C. Il apparaît une couche blanche, poreuse et malodorante. Elle conclue que ce

phénomène est dû à l'évaporation de styrène. Cette observation montre un phénomène d'endommagement osmotique avec un écoulement, selon ces termes.

Perrot [Perrot, 2006] montre une augmentation de 30% du module élastique entre un échantillon brut de résine vinylester et un échantillon immergé dans de l'eau de mer à 40°C jusqu'à saturation (9 mois). En revanche, il remarque une diminution sur les propriétés à rupture. Perrot observe une réduction de 13% sur la contrainte à rupture et une baisse de 50% sur l'allongement à rupture.

La résine vinylester devient fragile après 16 jours d'immersion dans de l'eau à 60°C ou après une post-cuisson de 2h à 120°C [Sobrinho *et al.*, 2009]. Sobrinho *et al.* présentent des courbes de traction identiques pour ces deux configurations. En revanche, la résine brute (non post-cuite) présente un comportement ductile avec un module d'Young plus faible.

Concernant la durée de vie en fatigue, le matériau composite verre/époxy montre un fort abaissement de ses propriétés suite à un vieillissement hygrothermique [Vauthier, 1996] [Pauchard, 2001]. Cet aspect est détaillé dans la section 1.6.3.

1.5.5 Essais d'usure

Le terme d'usure a une définition large. Il s'agit d'une dégradation en surface d'un matériau. Elle peut être due à de la corrosion ou de l'abrasion par exemple. Les phénomènes d'usure font partie de la tribologie. Les essais reproduisant artificiellement l'usure sont nombreux. Chand et Fahim [Chand et Fahim, 2000] présentent dans leur livre des essais d'abrasion ainsi que leur conséquence sur les matériaux composites avec des fibres renforcées de polymères.

Les normes sont également nombreuses pour traiter les phénomènes d'usure. Concernant les matériaux composites, le fascicule de documentation FD CEN/TR 15729 [FD CEN/TR 15729, 2011] propose un essai sur des tubes en verre/polyester destinés à une utilisation en canalisation d'assainissement. Il s'agit d'un cadre basculant (figure 1.24) dans lequel on dispose de l'eau et du corindon, qui est un puissant abrasif. Ce fascicule correspond à une extension de la norme NF EN 295-3 [NF EN 295-3, 2012], qui concerne des tubes en grès. Dans cette norme, l'abrasif est du gravier quartzeux naturel rond non concassé.

Cet essai permet d'accéder à la profondeur d'usure au bout d'un nombre de cycles de basculement déterminé.

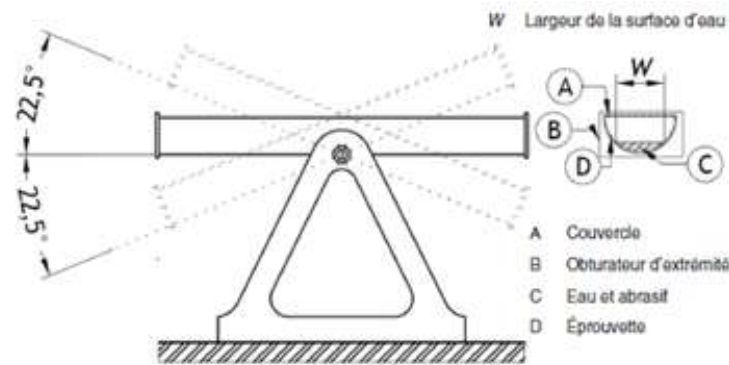


FIGURE 1.24 – Schéma du cadre basculant [FD CEN/TR 15729, 2011]

L'usure modifie l'état de surface du matériau. Cela a pour conséquence, une évolution de la rugosité et de la dureté du matériau. Cet aspect est largement traité dans le cas de céramiques destinées à un usage bucco-dentaire [Oliveira *et al.*, 2010] [Chinelatti *et al.*, 2006].

Darque-Cerretti *et al.* [Darque-Cerretti *et al.*, 2016] présentent une étude générale sur les surfaces des polymères. Ils montrent que la rugosité des deux corps en contact joue un rôle. Ils parlent plus particulièrement de l'usure entre un polymère et un acier. Le polymère va s'user le premier car il est moins dur que l'acier mais son taux d'usure va dépendre de la rugosité de l'acier.

Terekhina *et al.* [Terekhina *et al.*, 2011] présentent les différents modes d'endommagement apparaissant lors d'une usure par frottement sur une matrice thermodurcissable. Ils montrent l'apparition d'un troisième corps. Il s'agit de débris occasionnés par l'usure. Sa formation ralentit en général les phénomènes d'usure.

Bagci et Imrek [Bagci et Imrek, 2011] proposent une étude sur un composite verre/époxy dont les fibres sont renforcées d'acide borique. L'essai d'usure consiste à projeter des particules abrasives de Al_2O_3 sur le matériau, avec différents angles et différentes vitesses. Ils concluent que le composite renforcé d'acide borique donne un taux d'usure plus important que le composite non renforcé. Par ailleurs, ils indiquent que le composite stratifié à ± 45 résiste davantage à l'usure que le composite 0/90. L'usure est plus prononcée lorsque la vitesse d'impact de l'abrasif augmente et lorsque la direction du jet s'approche de l'horizontale.

1.6 Cumul des sollicitations

Dans les paragraphes précédents, les sollicitations ont été traitées indépendamment. Il est cependant intéressant de voir l'effet de leur cumul, ce qui correspond davantage à une situation réelle. L'impact représente l'évènement inattendu tandis que la fatigue, le vieillissement et l'usure reproduisent l'utilisation de la pièce.

Dans cette partie, l'objectif est de lister les couplages de chargements existants et de montrer l'interaction de l'un sur l'autre. L'effet du pré-chargeement sur la réponse du matériau à l'impact constitue la première interrogation. L'intérêt se porte ensuite sur le cumul entre des essais d'impacts et de fatigue. Le couplage avec un vieillissement hygrothermique est exposé dans la partie 1.6.3. Finalement, la dernière section présente l'état de l'art sur les couplages avec l'usure.

1.6.1 Effet du pré-chargeement

Les travaux de Ballère [Ballère, 2008] montrent l'influence de la pré-déformation sur le comportement à l'impact d'un composite carbone/époxy. Dans l'annexe B de sa thèse, les éprouvettes sont déformées jusqu'à retrouver leur rayon de courbure initial (*cf.* paragraphe 1.3). L'auteur montre qu'avec une pré-charge, la déformation à l'impact du matériau est plus faible que sans. Avec l'application d'une pré-charge, il constate donc une augmentation de raideur globale de l'éprouvette.

De la même façon, Saghafi *et al.* [Saghafi *et al.*, 2014] s'intéressent à ce phénomène. Les éprouvettes sont en verre/époxy et fabriquées selon le procédé de pré-imprégnation. Ils déduisent que sous un chargement de compression, la propagation des fissures est réduite tandis que sous traction, il se produit l'évènement inverse. En outre, ils montrent que l'augmentation de la courbure diminue la souplesse du stratifié, ce qui a pour conséquence d'accroître la rigidité en flexion, de réduire le déplacement central et d'intensifier la force d'impact.

Minak *et al.* [Minak *et al.*, 2010] étudient la réponse à l'impact sur des tubes en carbone/époxy sous pré-chargeement de torsion. Ils prouvent par des expériences que ce pré-chargeement n'affecte pas l'amorçage de l'endommagement, mais plutôt sa propagation.

1.6.2 Couplage fatigue/impact

Uyaner *et al.* [Uyaner *et al.*, 2014] ont réalisé des essais d'impacts sur des tubes en composite verre/époxy, puis ils ont fait subir à ces tubes des cycles de pression interne. Ils constatent que dans tous les cas (tubes impactés ou non), avec un plus faible niveau de pression maximum en fatigue appliqué, il faut plus de cycles pour faire exploser le tube. La rupture des échantillons pré-impactés a lieu à l'endroit de l'impact. Ils concluent que

lorsque l'énergie d'impact augmente, la diminution de la durée de vie en fatigue est plus significative que la diminution de la résistance à l'écrasement.

Les mêmes analyses se retrouvent dans la publication de Sari *et al.* [Sari *et al.*, 2012].

Yuanjian et Isaac [Yuanjian et Isaac, 2008] réalisent des essais de fatigue sous chargement de traction sur des composites verre/polyester. Ils montrent que le composite stratifié ± 45 est plus affecté par les impacts de faibles énergies que le composite stratifié 0/90. Cependant dès lors que l'impact génère des rupture de fibres, les performances en fatigue du composite 0/90 sont dégradées.

Kosmann *et al.* [Kosmann *et al.*, 2014] étudient le composite verre/époxy. Le matériau est impacté à différentes énergies, puis il subit des cycles de fatigue avec un rapport de charge de -1 . Ils concluent qu'il existe une énergie d'impact critique entraînant la diminution significative de la résistance en fatigue.

1.6.3 Couplage avec le vieillissement

Deniz *et al.* [Deniz et Karakuzu, 2012] étudient la conséquence d'une immersion dans l'eau de mer de tubes en composite verre/époxy sur leur résistance à l'impact. Ils montrent qu'en augmentant le diamètre du tube, la zone endommagée est plus petite, pour un même impact. L'effet d'une absorption de l'eau par le matériau et celui des contraintes résiduelles dues au procédé de fabrication par enroulement filamentaire sur la réponse à l'impact sont prouvés. En effet, ils constatent que le matériau immergé a des caractéristiques d'impact différentes (énergie absorbée, force de contact et déflexion) que le matériau sec. Ces caractéristiques varient en fonction du temps d'immersion. En effet, par exemple du point de vue de l'énergie absorbée par le tube, elle décroît jusqu'à 3 mois d'immersion puis ré-augmente pour de plus longs temps d'immersion.

Dans une autre publication [Deniz *et al.*, 2013], l'effet de l'eau de mer sur la durée de vie en fatigue de tubes en composite soumis à des impacts est analysé. Les auteurs concluent que la durée de vie en fatigue des échantillons impactés augmente jusqu'à 3 mois d'immersion, puis chute avec l'augmentation du temps d'immersion. La durée de vie en fatigue des échantillons non impactés est plus grande que celle des impactés.

Boisseau [Boisseau, 2011] étudie le composite verre/époxy en vieillissement marin. Elle réalise une caractérisation mécanique du composite après vieillissement ainsi que des essais de fatigue en flexion quatre points. Elle observe une chute de contrainte de 10 à 20% sur la courbe de Wöhler entre des échantillons immergés dans de l'eau de mer naturelle et des échantillons secs.

Tual [Tual, 2015] indique que pour des composites carbone/époxy la limite d'endurance est réduite dès lors qu'ils subissent une immersion préalable dans de l'eau de mer naturelle.

Des études sur le couplage des chargements avec une immersion dans de l'eau non salée sont plus rares. Une expérience sur des plaques en kevlar/époxy est réalisée par Imielinska *et al.* [Imielińska et Guillaumat, 2004]. Elles subissent une immersion dans l'eau suivie d'un impact, puis d'un essai résiduel en compression. En conclusion, la résistance en compression chute de 28% pour les échantillons non impactés et de 42% pour ceux impactés, par rapport aux plaques non immergées.

Selzer et Friedrich [Selzer et Friedrich, 1997] cherchent à montrer l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques et le comportement en fatigue de composites à base de fibres de carbone. Ils concluent que l'humidité n'a pas d'effet sur la résistance en fatigue.

Jones *et al.* [Jones *et al.*, 1983] proposent une étude sur plusieurs composites à base de résine époxy. Ils montrent notamment que le composite verre/époxy est affecté sur la résistance en fatigue lorsqu'il est vieilli dans de l'eau bouillante. Cet aspect est plus marqué avec un chargement de fatigue en traction, qu'en flexion. L'environnement à 65% d'humidité relative n'a en revanche pas d'influence sur sa résistance en fatigue.

Pauchard [Pauchard, 2001] s'intéresse aux mécanismes de rupture d'un composite unidirectionnel verre/époxy sous sollicitation de fatigue avec un couplage en vieillissement hygrothermique.

Vauthier [Vauthier, 1996] et Chateauminois [Chateauminois, 1991] ont également étudié le composite verre/époxy en fatigue et l'influence du vieillissement sur sa tenue mécanique.

1.6.4 Couplage avec l'usure

Les essais d'usure modifient l'état de surface et donc la rugosité du matériau (paragraphe 1.5.5). L'intérêt se porte ainsi sur l'effet de la rugosité sur la tenue en fatigue ou le vieillissement.

Il est bien connu pour les métaux que l'état de surface a un effet sur le comportement en fatigue [Mabru, 2012] [Bayoumi et Abdellatif, 1995]. Les conclusions sont telles que plus la rugosité en surface est importante et plus la limite d'endurance sera réduite.

Concernant les composites, les mêmes conclusions apparaissent. Arola et Williams [Arola et Williams, 2002] montrent notamment l'effet de l'état de surface sur la durée de vie de fatigue en flexion quatre points, sur des composite en carbone/bismaléimide. En augmentant la rugosité de surface, la durée de vie en fatigue diminue.

Zuluaga-Ramírez *et al.* [Zuluaga-Ramírez *et al.*, 2015] ont mis au point une nouvelle technique non destructive pour suivre l'endommagement sur une structure en service. Pour cela, ils mesurent la rugosité avec un profilomètre optique. Ils relient la variation de rugosité aux endommagements de la structure. La rugosité a tendance à augmenter avec le niveau d'endommagements en fatigue. En effet, leur résultats expérimentaux sur un composite avec des fibres de carbone et une matrice polymère montrent que les chargements de fatigue génèrent un changement de topographie de surface. Ils obtiennent une relation linéaire entre la rugosité R_q et la rigidité dégradée qui suit un facteur de Pearson de 0,79.

Vis-à-vis du vieillissement, les défauts de surface accélèrent l'absorption d'humidité dans le matériau [Gillespie, 1988]. Chand et Fahim [Chand et Fahim, 1996] montrent que des échantillons en verre/polyester immergés dans de l'eau bouillante sont plus sensibles à l'érosion que le matériau brut. Pour un taux volumique de fibres de 65% et une force d'usure de 7N, l'échantillon vieilli a un taux d'usure 60% plus élevé que l'échantillon brut. Le test d'abrasion à deux corps est la méthode d'usure utilisée dans cet article [Chand et Fahim, 2000].

1.7 Conclusion

Les matériaux composites sont très étudiés depuis des décennies. Leur caractérisation reste un point essentiel dans l'étude. L'état de l'art permet de regrouper et comparer les différentes techniques utilisées jusqu'ici.

Le procédé d'enroulement filamentaire est à prendre en compte lors de la caractérisation du matériau. La courbure des éprouvettes est un problème majeur [Ballère, 2008], [Pilato, 2011]. Les essais normalisés présentés dans l'annexe A sont fondamentaux afin d'obtenir les propriétés du matériau. Les méthodes inverses sont disponibles pour enrichir cette caractérisation.

En fatigue, les matériaux composites ont en général une bonne endurance. Le premier signe de l'endommagement provient d'une rupture de la matrice (blanchiment). Les essais de fatigue sur des tubes sont principalement faits avec des cycles de pression interne, qui restent cependant limités à de faibles dimensions. Dans le cas de tubes de grands diamètres, la courbure finit par être négligée en se reportant à des essais normalisés sur des éprouvettes planes.

La résistance à l'impact des stratifiés est assez faible. L'état de l'art concernant des structures renforcées dans l'épaisseur est devenu nécessaire. En effet, nous envisageons de recouvrir une partie de la citerne d'un bouclier. Ce dernier permettra de préserver le composite en emmagasinant l'endommagement dû aux chocs.

Le vieillissement du composite est un paramètre notable dans le dimensionnement. L'état de l'art permet de constater que la présence de l'eau entraîne une réduction de la résistance mécanique. L'étude du vieillissement nécessite de se rapprocher de l'échelle microscopique pour comprendre les phénomènes mis en jeu.

L'usure surfacique conduit à creuser le matériau et à le rendre ainsi plus sensible au vieillissement et à la fatigue. L'objectif est de trouver un essai laboratoire permettant de s'approcher au plus près des conditions réelles d'utilisation.

Le couplage de ces chargements est une étape dans la continuité des précédentes. Il est nécessaire de bien connaître le comportement du matériau, autant en statique, qu'en dynamique, dans le temps, et en couplage. En effet, le couplage des sollicitations n'équivaut généralement pas à additionner les sollicitations seules. Des phénomènes complexes se mettent en place. L'état de l'art est un point de départ nous guidant vers ces différentes phases du projet.

Chapitre 2

Matériau, moyens d'essai et méthodologie générale

Ce chapitre a pour but de présenter le matériau d'étude et les moyens d'essai. Il s'agit de décrire les machines sur lesquelles sont réalisées les expériences ainsi que les instrumentations possibles et/ou disponibles. Dans un premier temps, la méthodologie générale suivie au cours de la thèse pour son application industrielle est formulée.

2.1 Méthodologie générale

Le travail de thèse comporte de multiples caractérisations du matériau : statique, fatigue, choc, usure, vieillissement ainsi que leur couplage. Dans la durabilité, il se pose aussi la question de la structure. En effet, dans notre cas, celle-ci présente nécessairement une courbure. L'objectif est de la considérer dans l'étude.

La finalité est de déterminer des coefficients d'abatement pour chaque sollicitation et de les combiner judicieusement afin d'obtenir un coefficient global. Ce dernier est nécessaire pour la conception et l'optimisation de la citerne vis-à-vis des partenaires industriels pour l'ajustement des paramètres dans les modèles numériques et par la suite s'intégrer dans la fabrication.

La figure 2.1 présente un schéma de la méthodologie générale. En partant du procédé de fabrication, deux voies différentes sont prises, une considérant la structure dans son ensemble (rouge) et l'autre considérant des éprouvettes extraites de cette structure (noire). Il s'agit de trouver une éprouvette représentative du procédé de fabrication. La caractérisation du matériau est menée dans le chapitre 3 tandis que la durabilité fait l'objet du chapitre 4. L'étude sur la structure n'intervient que dans la caractérisation du matériau où elle fait intervenir une approche inverse, contrairement aux essais sur des éprouvettes où des formules analytiques (méthode directe) sont disponibles pour déterminer les propriétés du matériau.

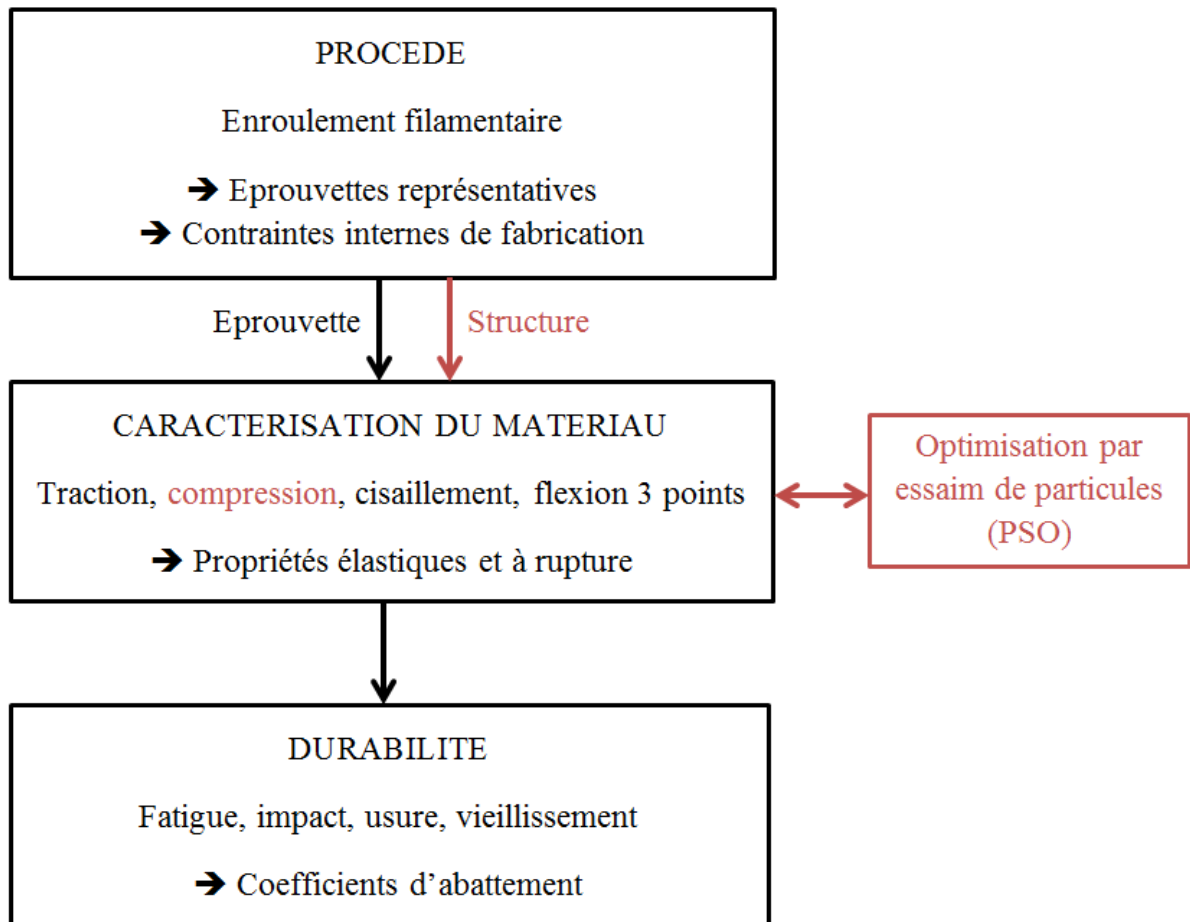


FIGURE 2.1 – Méthodologie générale

2.2 Matériau d'étude

Le matériau composite étudié est composé de fibres de verre et de résine vinylester. Chacun de ces composants est présenté dans les sections suivantes ainsi que le composite lui-même.

2.2.1 Résine vinylester

La résine vinylester utilisée porte le nom commercial de Derakane 411-350 (figure 2.2). Elle est accélérée avec un octoate de cobalt avec un dosage de 0,1% en masse de résine. Elle est catalysée avec un peroxyde, dont le nom commercial est Butanox M50, avec un dosage de 1 à 1,75% en masse de résine.

Elle contient 45% de styrène. Les principales propriétés mécaniques de cette résine vinylester sont présentées dans le tableau 2.1, selon les données du fabricant. La résine est étudiée seule dans un premier temps avant de se focaliser sur le composite.



FIGURE 2.2 – Résine vinylester

2.2.2 Fibres de verre

Les fibres de verre sont de type E, qui est le type d'application courante. Elles sont ensimées *i.e.* lubrifiées afin de permettre un bon accrochage avec la résine. Les ensimages des fibres de verre sont généralement réalisés avec des silanes. Dans notre cas, le type d'ensimage est inconnu pour des raisons de confidentialité.

Deux sortes de fibres de verre sont utilisées pour la fabrication du composite par enroulement filamentaire : du roving et de l'unidirectionnel. Le premier est sous forme de pelote et correspond aux fibres enroulées en continu sur le mandrin. Pour le second, il s'agit d'une bobine d'unidirectionnels (figure 2.3) permettant la dépose de fibres parallèlement à l'axe de révolution du mandrin. Ces dernières ne sont pas continues.

Les principales propriétés mécaniques de la fibre de verre E sont présentées dans le tableau 2.1 [Gay, 2005].

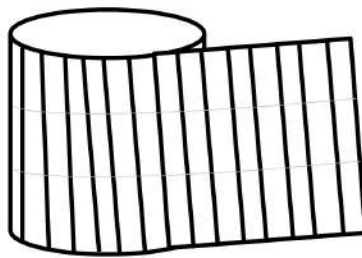


FIGURE 2.3 – Schéma d'une bobine d'unidirectionnels

2.2.3 Composite

Le composite étudié est constitué de fibres de verre et de résine vinylester. Il est fabriqué par enroulement filamentaire (paragraphe 1.2.2). Le tableau 2.1 donne les principales propriétés mécaniques d'un pli unidirectionnel de ce composite avec un taux massique de fibre (M_f) de 65%. Son taux volumique de fibres (V_f) est alors de 45%.

	Résine vinylester	Fibre de verre E	Composite unidirectionnel
ρ (g/cm^3)	1,14	2,6	1,8
E (GPa)	3,2	74	35
σ_r (MPa)	86	2 500	1 200

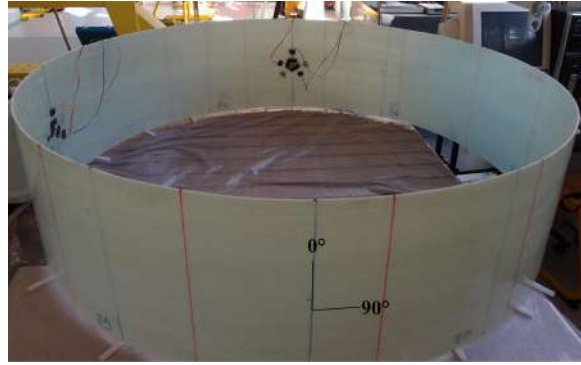
TABLEAU 2.1 – Propriétés mécaniques de la résine vinylester, de la fibre de verre E et du composite unidirectionnel verre/vinylester avec $M_f = 65\%$

Plusieurs structures, notées A, B et C, sont étudiées (figure 2.4). Le tableau 2.2 présente chacune d'elle avec son empilement, son épaisseur moyenne h , son diamètre intérieur d_i et l'épaisseur moyenne d'un pli h_p . L'orientation 90 correspond à la direction circonférentielle, et l'orientation 0 à la direction axiale. Les structures B et C possèdent une couche supplémentaire de mat d'environ 2,5 mm d'épaisseur sur la face intérieure. Il s'agit d'une couche appelée anti-corrosion et développée par l'entreprise partenaire *Plasticon Composites*. Une couche résiduelle de résine pure d'épaisseur variable, sur la surface extérieure, due au procédé de fabrication est observable. La surface extérieure est toujours rugueuse. Ce phénomène est amplifié lorsque le diamètre diminue.

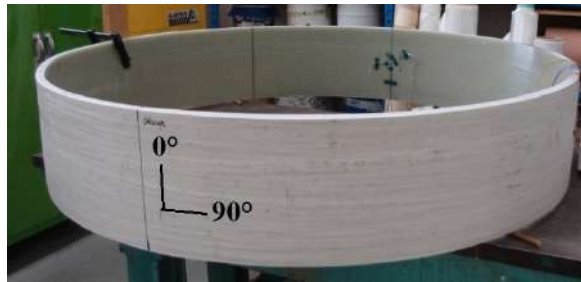
Il est important de noter que les empilements ne sont pas symétriques.

Type	Empilement	h (mm)	d_i (mm)	h_p (mm)
A	[90 ₂ /0/90/[90/0] ₃ /90 ₂]	4,7	1 500	0,375
B	confidentiel	22,4	1 500	0,424
C	[70/-70/[70/0/-70] ₃ /70/-70]	7,7	200	0,350

TABLEAU 2.2 – Propriétés des différentes structures étudiées



(a) Type A



(b) Type B



(c) Type C

FIGURE 2.4 – Les différentes structures étudiées

La figure 2.5 présente une micrographie du matériau dont la structure est de type A. La micrographie montre une disparité d'épaisseur dans la longueur des plis. Les fibres sont condensées à certains endroits (fils) et absentes à d'autres (zone d'interfils). De multiples micro-pores sont visibles. Ils sont présents dans les plis à 0° en majorité. Les pores plus grands mais moins nombreux sont présents au niveau des interfaces entre les plis. La même observation est faite sur la micrographie du matériau de type B (figure 2.6). Identiquement, une micrographie du matériau de type C (figure 2.7) permet de visualiser l'empilement et les pores. Ils sont ici moindres.

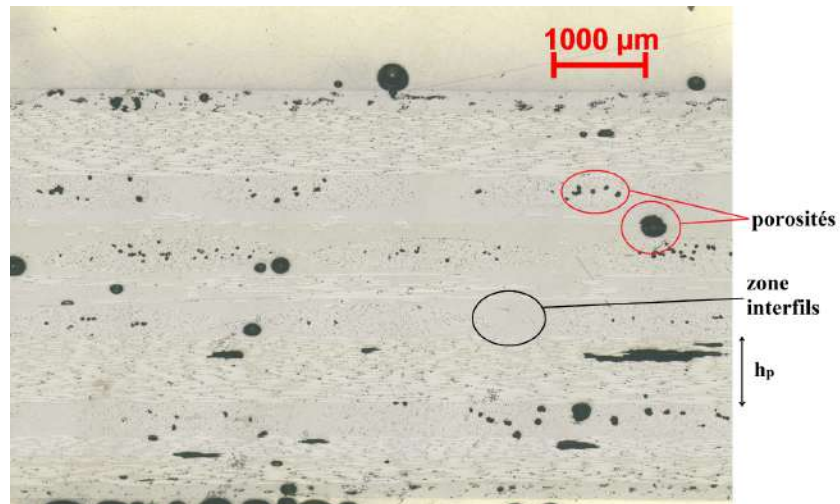


FIGURE 2.5 – Micrographie du matériau de type A



FIGURE 2.6 – Micrographie du matériau de type B



FIGURE 2.7 – Micrographie du matériau de type C

2.3 Moyens d'essai

La section vise à décrire les techniques expérimentales mises en oeuvre pour la caractérisation du matériau. Il s'agit de présenter les machines d'essais et les instrumentations disponibles. Les essais sont détaillés dans le chapitre suivant.

2.3.1 Analyse physico-chimique : ATR

L'essai de spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée, appelé ATR (*Attenuated Total Reflection*), permet d'obtenir des bandes d'absorbance des différents groupements d'un polymère. L'échantillon est positionné sur un cristal (figure 2.8). Un faisceau infrarouge passe à travers le cristal. Il pénètre ensuite dans le matériau, qui renvoie la lumière avec un angle d'incidence particulier et une intensité réduite, due à son absorption.



FIGURE 2.8 – Essai de spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée (ATR)

L'intérêt de cette méthode est non seulement de caractériser chimiquement le matériau mais également de voir les modifications chimiques après vieillissement. En effet, si le matériau est en contact avec des molécules d'eau, le matériau peut réagir avec et ainsi son réseau chimique est modifié et des produits de dégradation se créent.

2.3.2 Spectrométrie mécanique : DMA

La technique expérimentale utilisée pour caractériser le comportement viscoélastique de la résine et du composite est la spectrométrie dynamique ou l'analyse mécanique dynamique (*DMA : Dynamic Mechanical Analysis*). Elle consiste à appliquer à un matériau une force sinusoïdale F_0 (contrainte σ_0) ou un déplacement sinusoïdal x_0 (déformation ϵ_0) et à mesurer le déplacement résultant x (déformation ϵ) ou la force résultante F (contrainte σ) (figure 2.9).

En raison des phénomènes visqueux qui se produisent au sein de l'éprouvette, les contraintes sont déphasées d'un angle δ par rapport aux déformations imposées. La force

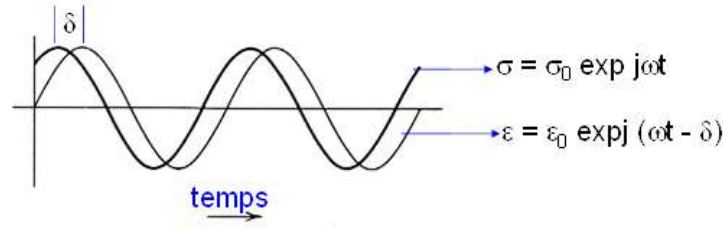


FIGURE 2.9 – Principe de la DMA

et le déplacement s'écrivent alors :

$$F = F_0 \cos(\omega t) \quad (2.1)$$

$$x = x_0 \cos(\omega t - \delta) \quad (2.2)$$

La raideur complexe du matériau peut alors être établie. Connaissant sa valeur et les dimensions de l'éprouvette, le module complexe E^* est alors exprimé selon l'équation :

$$E^* = E' + jE'' \quad (2.3)$$

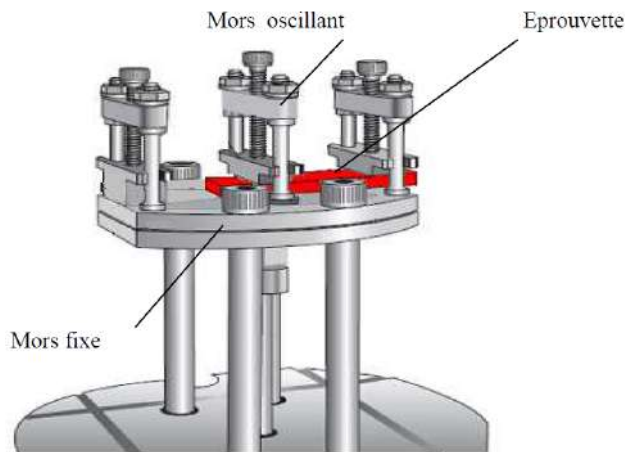
où la partie réelle E' correspond au module de conservation qui caractérise l'énergie élastique stockée, et la partie imaginaire E'' correspond au module de perte qui représente l'amortissement. L'angle de déphasage δ se caractérise par la relation 2.4.

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (2.4)$$

où $\tan \delta$ est la tangente de l'angle de perte. Cet angle est compris entre 0° pour un matériau purement élastique et 90° pour un matériau purement visqueux (liquide).

Les essais de DMA montrent que la tangente de l'angle de perte représente l'énergie dissipée par frottement interne (donc la mobilité moléculaire) en fonction de la température et de la fréquence. Ces essais permettent donc d'obtenir les températures de relaxation mécanique (associées aux transitions vitreuse et sous-vitreuse(s)) et le module complexe. Les figures 2.10 a) et b) montrent un essai de DMA dans le cas d'une flexion simple.

Cette méthode est utile pour caractériser le comportement du matériau après vieillissement. Elle permet de comprendre les mouvements moléculaires induits par le vieillissement. Cela se traduit par une modification de la température de transition vitreuse, de la largeur à mi-hauteur du pic et de son amortissement. Par ailleurs, l'étude du module de conservation donne des informations sur l'évolution des propriétés mécaniques du matériau.



(a) Schéma [Heman, 2008]



(b) Essai

FIGURE 2.10 – Essais de DMA : flexion simple

2.3.3 Machine de traction/compression

Pour les essais statiques, les machines utilisées sont une Zwick 10 kN et une Zwick 100 kN (figure 2.11). Le choix est fait en fonction de la charge à appliquer, de l'écartement entre les mors et des instrumentations disponibles sur chaque machine. Pour de faibles charges et un écartement important, la Zwick 10 kN est préférable. En revanche, elle n'est pas équipée d'un extensomètre. Cet outil permet de mesurer le déplacement longitudinal du matériau en temps réel entre deux points de l'éprouvette. Il donne ainsi accès à la déformation de l'éprouvette en fonction du temps. La mesure du déplacement longitudinal avec un extensomètre est préférable à celle du capteur de la machine, que l'on appelle couramment traverse. En effet, dans le cas d'essais de traction, le déplacement de la traverse comprend également le déplacement des mors qui tiennent l'éprouvette. Dans notre cas, ce n'est pas négligeable. Ce problème est atténué lors d'essais de compression puisque moins de jeux interviennent.

En outre, il est possible de mesurer la déformation du matériau par le biais de jauges d'extensométrie. Il en existe plusieurs types. Les jauges biaxiales et les rosettes sont intéressantes pour mesurer la déformation dans plusieurs directions. Cela permet par exemple l'identification du coefficient de Poisson par la mesure des déformations longitudinale et transverse ou encore la détermination des directions principales.

Une autre technique existe également pour suivre le champ de déplacements et de déformations : la corrélation d'images. Il s'agit de comparer des photographies prises à différents instants de l'essai. Pour cela, un mouchetis est réalisé au préalable. Généralement, des peintures en spray sont utilisées. Une couche de peinture blanche est d'abord



FIGURE 2.11 – Machine d'essai statique : Zwick 100 kN

réalisée, qui sert de fond, puis un nuage de points noirs est dispersé aléatoirement afin de créer un contraste significatif en niveau de gris.

La corrélation d'images utilisée au laboratoire, repose sur une approche globale basée sur les éléments finis Q4 : *Correli*^{Q4} [Hild et Roux, 2008].

L'émission acoustique est une technique expérimentale permettant de détecter et faire une analyse des phénomènes de rupture dans le composite pendant l'essai. Différentes phases d'endommagement sont ainsi perceptibles : rupture de la matrice, décohésion fibre/matrice, délaminage et rupture des fibres.

Les données mesurées par les capteurs d'émission acoustique permettent d'estimer les types d'endommagement. En effet, à un niveau d'amplitude correspond à un type d'endommagement particulier du composite [AETech, 00]. Cependant, il faut noter que cela n'est pas universel. Ces valeurs peuvent être plus ou moins différentes selon les matériaux.

- de 33 à 58 dB : microfissures dans la résine, délaminage ;
- de 59 à 68 dB : rupture des interfaces ;
- de 69 à 86 dB : déchaussement des fibres, frottement fibre/matrice ;
- de 87 à 100 dB : rupture de fibres.

Huguet *et al.* [Huguet *et al.*, 2002] différencient les ruptures de la matrice de la décohésion entre les fibres et la matrice avec des signaux d'émission acoustique. Godin *et al.* [Godin *et al.*, 2006] montrent l'effet du vieillissement sur les signaux d'émission acoustique et donc sur les modes d'endommagement.

2.3.4 Machine de fatigue

La machine de fatigue Instron 8850 (figure 2.12) a été utilisée. Elle possède un capteur de force de 100 kN. Pour certains essais, lorsque ce sera précisé, un capteur 10 kN est adapté afin de permettre une précision supérieure lors des essais à faible charge. Ce type de capteur à une précision à 0,5% de sa force maximale.



FIGURE 2.12 – Machine d'essais de fatigue : Instron 8850

Les essais de fatigue se contrôlent soit en position, soit en force. Tout dépend si l'on souhaite une courbe de Wöhler en déformation (ϵ -N) ou en contrainte (S-N). Cette courbe donne la déformation ou la contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture. Elle permet d'estimer le degré d'endommagement lié à la fatigue du matériau. Une limite d'endurance peut-être visible sur la courbe, il s'agit de la valeur de déformation (ou de contrainte) qui forme une asymptote horizontale quand N tend vers l'infini. Cela signifie qu'en dessous de cette valeur, la rupture en fatigue du matériau n'est pas possible. La figure 2.13 schématise une courbe de Wöhler typique présentant trois domaines de fatigue :

- oligo-cyclique : fatigue à faible nombre de cycles ;
- endurance limitée : fatigue à grand nombre de cycles ;
- endurance illimitée : zone asymptotique de la courbe.

De plus, les matériaux peuvent produire de l'auto-échauffement pendant un essai de fatigue. Il faut donc réaliser une étude préalable pour définir la fréquence ne générant pas une augmentation de la température de plus de 10°C. Elle est généralement inférieure à 10 Hz. Une instrumentation avec un thermocouple permet de suivre la température de l'éprouvette et d'éviter une surchauffe, qui modifierait le comportement du matériau.

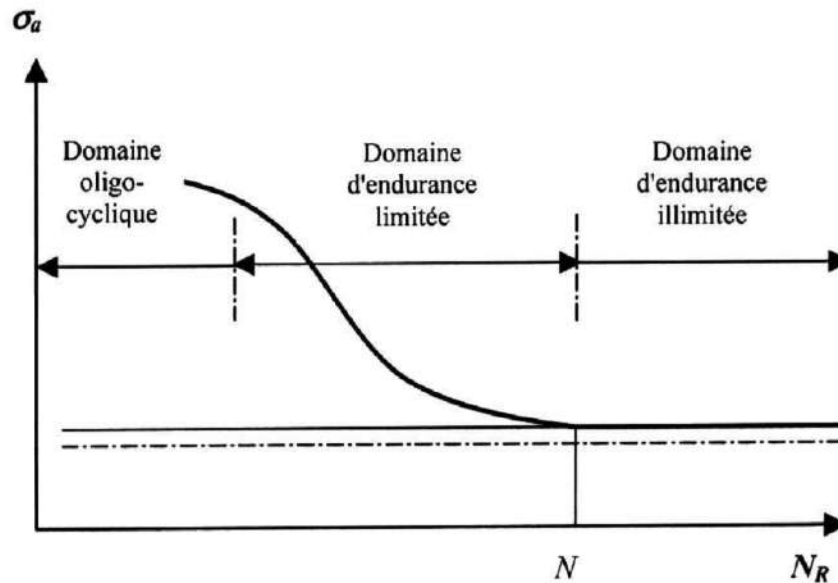


FIGURE 2.13 – Courbe de Wöhler schématique

2.3.5 Tour de chute

Pour les essais d'impacts, plusieurs catégories de dispositifs existent. Le canon à air comprimé permet d'atteindre quelques dizaines voire centaines de mètres par seconde. Les projectiles sont petits, généralement de la taille d'une balle. La tour de chute est un dispositif pour des vitesses d'impacts plus faibles. La vitesse maximale atteinte est de l'ordre de 8 m/s pour hauteur de lâché de 3m. Elle permet de reproduire en laboratoire, par exemple, la chute d'un objet sur la structure lors de sa manutention. Il s'agit du dispositif utilisé dans notre cas (figure 2.14). La tour est instrumentée :

- d'un capteur piézoélectrique sur l'impacteur pour mesurer la force d'impact ;
- d'un capteur laser pour mesurer le déplacement du projectile afin de remonter à la vitesse d'impact ;
- d'un capteur laser pour mesurer le déplacement de la plaque sur la face opposée à l'impact.

Il est également possible d'utiliser une caméra rapide afin de visualiser le mouvement et l'endommagement de la plaque lors de l'impact et de mesurer la vitesse d'impact. La hauteur maximale de chute est de 3 m. Toutes les formes d'impacteur sont possibles : hémisphérique, conique, contendant, *etc.* La tour de chute utilisée permet la chute de masses comprises entre 800g et 2kg. L'éprouvette à impacter peut être soit déposée, soit bridée sur des plots.



FIGURE 2.14 – Tour de chute

2.3.6 Conditions de vieillissement

Le vieillissement de la résine vinylester est étudié pour plusieurs conditions :

- immersion dans de l'eau distillée à température ambiante (figure 2.15 a)) ;
- immersion dans de l'eau distillée à 70°C ;
- environnements à 50%, 75% et 85% d'humidité relative à température ambiante (figure 2.15 b)) ;

Le composite est quant à lui vieilli uniquement selon la première condition étant donné ce sont les conditions s'approchant le plus des conditions réelles dans lesquelles seront soumises le matériau. Par ailleurs, l'étude sur le vinylester dans tous les environnements permettra de réduire celle du composite à une seule condition.

Pour créer des conditions d'humidité relative (HR), un mélange de sels est réalisé dans des récipients en verre, appelés dessiccateurs [Wexler et Hasegawa, 1954] :

- 85% HR : 200g de potassium + 80mL d'eau distillée à 40°C ;



(a)



(b)

FIGURE 2.15 – Vieillissement a) par immersion et b) en humidité contrôlée

- 75% HR : 200g de sodium chlorure + 60mL d'eau distillée à 40°C ;
- 50% HR : 200g de magnésium + 30mL d'eau distillée à 40°C.

Pour chaque solution saline, il faut s'assurer que tous les cristaux soient recouverts d'eau.

2.3.7 Cadre basculant

Les essais d'usure ont été sous-traités au Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB) de Nantes. Le protocole d'essais suit la norme NF EN 295-3 [NF EN 295-3, 2012] (*cf.* section 1.5.5). La figure 2.16 présente le dispositif d'essai.



FIGURE 2.16 – Dispositif d'essai d'usure : cadre basculant

Deux types d'abrasif sont utilisés :

- gravier roulé (figure 2.17 a)) ;
- corindon (figure 2.17 b)).

Le premier est associé à la norme NF EN 295-3 [NF EN 295-3, 2012] et le second au

fascicule de documentation FD CEN/TR 15729 [FD CEN/TR 15729, 2011] (*cf.* section 1.5.5 de la partie bibliographique).

Il faut noter que le gravier possède une surface émoussée tandis que le corindon est plus pointu. L'abrasif et de l'eau sont positionnés à l'intérieur du tube (figure 2.18). La granulométrie moyenne du gravier est de 6 mm et suit la répartition suivante (en pourcentage de masse) :

- $< 4,2$ mm : 20%
- de 4,2 à 8,4 mm : 60%
- $> 8,4$ mm : 20%

Le corindon est de qualité F4, ce qui signifie qu'il doit avoir une densité comprise entre 1,5 et 1,7 et la distribution granulométrique suivante :

- $< 3,35$ mm : 3%
- de 3,35 à 4 mm : 7%
- de 4 à 4,75 mm : 30%
- de 4,75 à 5,6 mm : 40%
- de 5,6 mm à 8 mm : 20%



(a) Gravier roulé



(b) Corindon

FIGURE 2.17 – Abrasifs utilisés pour les essais d'usure



FIGURE 2.18 – Eprouvette en condition d'essai

2.3.8 Protocole pour l'observation microscopique

Afin d'observer la microstructure du matériau, endommagée ou non, deux techniques sont couramment employées : la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB). Chacune d'elle nécessite une préparation différente de l'échantillon. Pour le microscope optique, les étapes à suivre sont les suivantes :

- découpe ;
- enrobage ;
- polissage ;
- analyse.

Pour le MEB, les étapes à suivre sont les suivantes :

- découpe ;
- métallisation ;
- analyse.

La découpe est réalisée sans eau de préférence avec une scie diamantée ou une meule de tronçonnage en carbure de silicium (10S25 chez le fabricant Struers par exemple).

L'enrobage à froid permet de figer le matériau dans de la résine. En général, l'enrobage se fait soit avec une résine acrylique, soit avec une résine époxy. Dans notre cas, il s'agit d'une résine époxy, qui ne montre pas de retrait avec le composite verre/vinylester contrairement à la résine acrylique. L'étape d'enrobage peut avoir lieu avant la découpe pour éviter que celle-ci ne génère davantage d'endommagement. Etant donné la dimension des éprouvettes (300 mm x 50 mm), un moule à cake en silicone permet par exemple, d'enrober les éprouvettes entièrement.

Le polissage permet une planéité de la surface à observer. Les protocoles de polissage sont nombreux. Il faut adapter le sien à son matériau. Le tableau 2.3 propose un protocole de polissage pour la résine vinylester et le composite verre/vinylester.

Tapis	Vitesse (tr/min)	Force (N)	Temps	Lubrifiant/Abrasif
SiC # 500	150	20	10 s	eau
SiC # 1000	150	20	10 s	eau
SiC # 2000	150	20	10 s	eau
SiC # 4000	150	20	10 s	eau
MD-Dur ($3\mu\text{m}$)	150	30	5 min	DiaPro Dur $3\mu\text{m}$
MD-Nap ($1\mu\text{m}$)	150	20	3 min	DiaPro Nap B $1\mu\text{m}$

TABLEAU 2.3 – Protocole de polissage

La métallisation consiste à déposer une fine couche d'or sur la face à observer. Cette opération est nécessaire pour avoir une surface conductrice et ainsi permettre les interactions électrons-matière.

Chapitre 3

Caractérisation du matériau

L'objectif principal est d'obtenir les propriétés mécaniques du composite étudié afin de prédire son comportement *via* des modèles numériques. La durée de vie de la citerne pourra ainsi être estimée. Pour ce faire, des essais quasi-statiques de caractérisation mécanique de la résine et du matériau composite sont mis au point. Ce chapitre présente les essais mis en oeuvre ainsi que les résultats obtenus.

Avant de réaliser les essais, une étude préalable sur le matériau en lui-même est nécessaire. La mesure du taux de porosité ainsi que l'étude du comportement physico-chimique et viscoélastique sont des étapes afin d'appréhender davantage le comportement du matériau, notamment les phénomènes d'endommagement.

3.1 Mesure du taux de porosité

Plusieurs méthodes existent pour déterminer le taux de porosité d'un échantillon. Elles sont présentées dans la section 1.5.1. L'analyse d'images n'est pas adaptée puisque lors de la découpe et du polissage de l'échantillon, des fibres sont arrachées. Ces arrachements génèrent des cavités qui sont alors comptabilisés comme des porosités. Le taux de porosités ainsi obtenu est surestimé. C'est pourquoi, la méthode dite analytique est préférée. Cette technique consiste à déterminer tout d'abord la densité du composite ρ_c par le principe d'Archimède [NF EN ISO 1183-1, 2013], puis de calculer le taux massique de fibres M_f par calcination [NF EN ISO 1172, 1999]. Le taux de vide ϕ_{vide} est obtenu par la relation 3.1.

$$\phi_{vide} = 1 - \rho_c \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{1 - M_f}{\rho_m} \right) \quad (3.1)$$

avec ρ_c densité du composite ;
 ρ_f densité des fibres ;
 ρ_m densité de la matrice ;
 M_f taux massique de fibres.

Pour le calcul de la densité du composite ρ_c , une balance avec une précision au dixième de milligrammes est utilisée (figure 3.1). Il s'agit de peser l'échantillon dans l'air m_{air} puis dans un liquide, généralement de l'eau distillée m_{eau} . Sa densité est alors calculée par le biais de la formule 3.2. La valeur dépend également de la densité de l'eau ρ_{eau} qui elle varie suivant la température.

$$\rho_c = \rho_{eau} \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \quad (3.2)$$



FIGURE 3.1 – Balance de précision

Concernant le taux massique de fibres M_f , il est nécessaire de posséder un four à hautes températures. L'échantillon est dans un premier temps pesé m_c . Il est ensuite calciné puis pesé de nouveau m_f . L'objectif de la calcination est de conserver seulement les fibres du composite. Pour cela, l'échantillon est chauffé à hautes températures (environ 600°C) jusqu'à ce que la résine se soit complètement évaporée. Le taux massique de fibres est obtenu selon la formule 3.3.

$$M_f = \frac{m_f}{m_c} \quad (3.3)$$

Les densités de fibres ρ_f et de la matrice ρ_m sont prises de la littérature (*cf.* tableau 2.1). Le tableau 3.1 résume les différentes mesures et calculs. Pour la densité du composite, il s'agit d'une moyenne sur 20 mesures et pour le taux de fibres sur 2 valeurs.

L'incertitude de mesure sur le taux de porosité ϕ_{vide} est calculée d'après la formule 3.4 (méthode des dérivées partielles). Le matériau de type B est moins poreux que le matériau de type A. Ceci est dû à la variation d'épaisseur entre les deux matériaux. Cependant, l'incertitude sur le taux de vide est plus élevée que la valeur elle-même pour le composite de type B. L'utilisation de la formule 3.4 est donc critiquable.

$$\Delta\phi_{vide} = \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{1 - M_f}{\rho_m} \right) \Delta\rho_c + \rho_c \left(\frac{1}{\rho_f} - \frac{1}{\rho_m} \right) \Delta M_f \quad (3.4)$$

Type	ρ_c	M_f (%)	ϕ_{vide} (%)
A	$1,776 \pm 0,017$	$66,5 \pm 1,5$	$2,42 \pm 2,27$
B	$1,769 \pm 0,011$	$64,1 \pm 1,6$	$0,64 \pm 2,06$

TABLEAU 3.1 – Densité du composite, taux massique de fibres et taux de porosité en fonction du type de matériau

Finalement, il faut noter que la méthode de mesure du taux de porosité nécessite une grande précision sur les valeurs de la densité et du taux de fibres. Leur détermination doit être rigoureuse et avec des moyens adaptés. Les valeurs théoriques prises pour les densités des fibres et de la matrice montrent également un effet significatif et le choix de leur valeur est donc déterminant.

3.2 Spectrométrie mécanique, analyse par DMA

Dans cette partie, l'objectif est de caractériser les matériaux bruts par spectrométrie mécanique. La résine vinylester est testée afin de connaître l'évolution de la température de transition vitreuse et du module en fonction du temps de post-cuisson. Le matériau composite verre/vinylester de type A est testé afin de confronter deux orientations : axiale et circonférentielle.

La post-cuisson consiste à mettre le matériau dans une étuve ventilée à 82°C pendant un certain temps. Cette opération permet de finir la réticulation du réseau tridimensionnel de la résine et ainsi, augmenter sa rigidité ce qui conduit généralement à améliorer la résistance mécanique du matériau [Sobrinho *et al.*, 2009].

Le principe de la spectrométrie mécanique est présenté dans le paragraphe 2.3.2. La caractérisation du comportement viscoélastique des matériaux est effectuée en utilisant l'appareil TA Instruments Q800. Les essais sont réalisés par mesures isochrones (fréquence constante) en flexion simple, avec une vitesse de montée en température de 3°C/min sur des échantillons d'épaisseur 1 à 2 mm (*cf.* figure 2.10). La déformation est imposée avec une amplitude de 0,05%. Le balayage en température se fait de -110°C à 130°C. La fréquence d'essai vaut 1 Hz. Afin de permettre une répétabilité des essais, le serrage des vis est réalisé avec un tournevis dynamométrique réglé à 7 daN. Ces vis servent à l'encastrement de l'éprouvette, l'un associé au mors fixe et l'autre au mors mobile qui génère l'effort. Les mors sont séparées d'une distance de 17,5 mm, non modifiable.

3.2.1 Essais de DMA sur la résine vinylester

La figure 3.2 présente un spectre thermomécanique de E' , le module de conservation et $\tan\delta$, la tangente de l'angle de perte. Elle montre les résultats pour différents temps de post-cuisson et permet ainsi de vérifier que la post-cuisson est suffisante pour avoir une stabilité chimique du matériau. L'objectif est d'avoir un pic unique de la relaxation principale qui se manifeste par une forte amplitude du pic en $\tan\delta$ et une chute importante du module de conservation E' . Cette relaxation α correspond à des mouvements généralisés des chaînes macromoléculaires et est associée à la transition vitreuse du matériau. En effet, pour les échantillons bruts de livraison *i.e.* non post-cuits, il est difficile de déterminer le pic de relaxation. Un double pic est observable, qui peut être interprétée par le fait que la réticulation de la résine soit incomplète [Heman, 2008]. Les courbes prouvent qu'une post-cuisson entre 13 et 16h à 82°C dans une étuve sous air est nécessaire afin d'avoir ce pic unique. La température de transition vitreuse T_g ou T_α du matériau vaut alors 107°C. Dans la littérature, différents auteurs mesurent une température de transition vitreuse de la résine vinylester allant de 107 à 139 °C (*cf.* tableau 1.4).

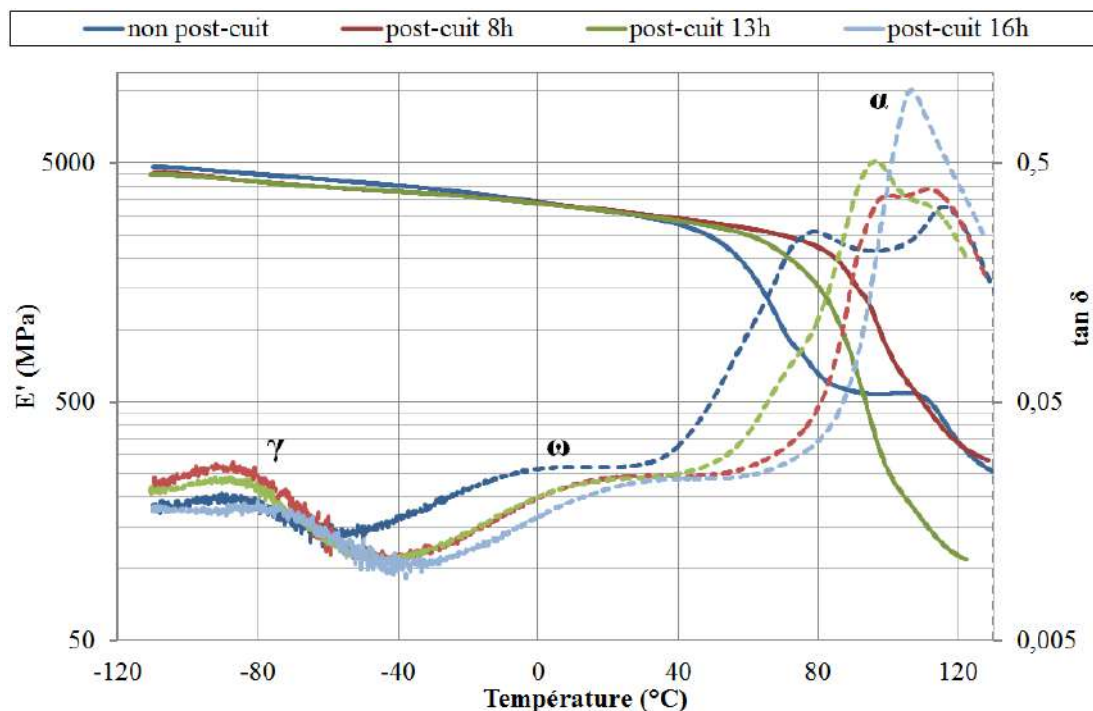


FIGURE 3.2 – Spectre thermomécanique pour différentes post-cuissons de la résine vinylester

Le module de conservation E' est du même ordre de grandeur pour tous les temps de post-cuisson entre -110 et 40 °C en considérant les fluctuations expérimentales (± 100 MPa). Les courbes diffèrent ensuite puisque le matériau se dégrade de plus en plus avec la température et perd donc sa rigidité. Ces courbes sont directement reliées avec les courbes de $\tan \delta$. Le module chute lorsque l'on s'approche de la T_g .

Un essai de DMA donne non seulement la température de transition vitreuse, mais aussi les températures de relaxations secondaires. Dans notre cas, deux relaxations secondaires sont visibles : γ et ω , qui sont respectivement associées aux températures -80 °C et 20 °C. Ces températures évoluent également en fonction du degré de post-cuisson. Plus le matériau est post-cuit longtemps, plus ces températures augmentent.

Heman [Heman, 2008] qui observe les mêmes relaxations sur la résine vinylester, explique leur présence. Elle précise que la détection de la relaxation ω est délicate et son origine controversée. Concernant la relaxation γ , elle indique qu'elle peut être attribuée aux vibrations des groupements paraphénylènes et finalement que la relaxation ω , éliminée après une seconde rampe, est associée à des défauts de réticulation. D'autres auteurs comme Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] observent ces relaxations ainsi qu'une relaxation supplémentaire α' à -20 °C. Cette dernière est due à l'ajout d'un agent lors de la cuisson de la résine. Ils ne concluent pas sur l'origine des relaxations ω et γ .

En outre, sur les résines époxy, certains auteurs indiquent que la relaxation ω vient des mouvements des groupements paraphénylènes [Perret, 1988] alors que d'autres l'associent à une fluctuation locale de densité de réticulation ou à la présence de défauts locaux du réseau [Gerard *et al.*, 1990]. Cela montre que la raison de sa présence est encore débattue.

3.2.2 Essais de DMA sur le composite de type A

La figure 3.3 présente le spectre thermomécanique du composite de type A dans deux orientations : axiale et circonférentielle. Le matériau est ici post-cuit pendant 13h. L'éprouvette extraite dans le sens axial du composite a un module plus faible que celle extraite dans le sens circonférentiel. En effet, cette dernière a deux fois plus de plis dont les fibres sont orientées dans le sens permettant de résister à la sollicitation (*cf.* tableau 2.2). Les deux éprouvettes montrent la même température de transition vitreuse T_g car il s'agit du même matériau. Elle vaut 111°C . Dans la littérature, les valeurs sont plus élevées : 130°C pour Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] et 148°C pour Karbhari [Karbhari, 2006]. En effet, la température de transition vitreuse dépend de la qualité de l'adhésion interfaciale entre les fibres et la résine [Theocaris *et al.*, 1985]. Plus celle-ci est faible et plus la température de transition vitreuse est réduite. Cela peut expliquer la différence entre nos mesures et celles de la littérature.

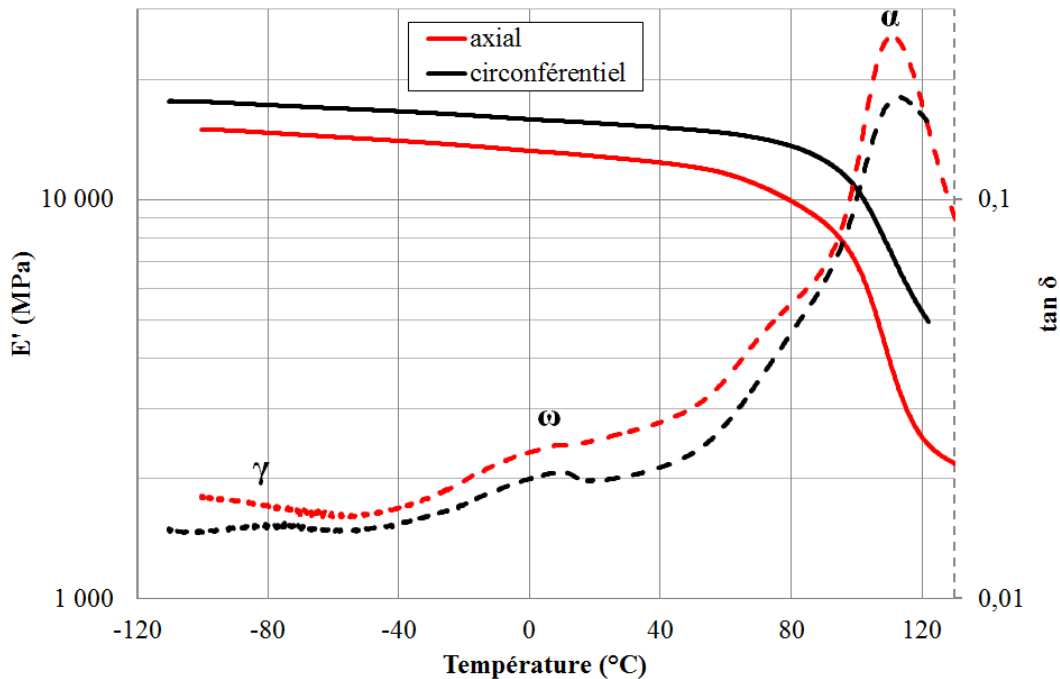


FIGURE 3.3 – Spectre thermomécanique des deux directions du composite

La présence des fibres gêne l'apparition des relaxations. En effet, celles-ci sont moins visibles. Les courbes de $\tan \delta$ du matériau composite donnent des valeurs plus faibles que

celle de la résine (*cf.* figure 3.2). Heman [Heman, 2008] observe également que le pic de relaxation principale pour le composite verre/vinylester est plus faible que pour celui de la résine seule.

Cet aspect est également observable entre les deux échantillons de composite. L'éprouvette extraite dans le sens circonférentiel présente une courbe de $\tan\delta$ inférieure à celle de l'éprouvette extraite dans le sens axial. En effet, les fibres dans le sens circonférentiel sont plus nombreuses et gênent donc davantage les mouvements moléculaires et ainsi l'apparition des relaxations, par rapport au sens axial.

Les courbes du composite ne permettent pas de conclure sur le temps de post-cuisson optimal. Pour cela, on se fie aux spectres thermomécaniques de la résine, qui nous prouve qu'une post-cuisson entre 13 et 16h est nécessaire pour complètement réticuler le matériau.

Les relaxations secondaires visibles sur les courbes de DMA sont associées aux températures de -82°C (γ) et 7°C (ω). Ces valeurs sont proches de celles de la résine étant donné que ce sont les mêmes phénomènes qui interviennent. La présence des fibres modifie légèrement la valeur des températures.

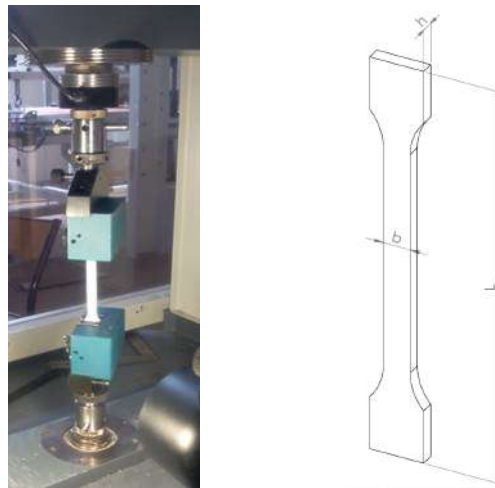
Finalement, les essais de spectrométrie mécanique ont permis d'analyser le comportement viscoélastique de la résine vinylester et du composite verre/vinylester. Le temps de post-cuisson optimal vaut 16h pour finir la réticulation du matériau, puisqu'un pic unique pour la relaxation α apparaît. Les essais réalisés n'ont pas permis de mettre en évidence l'effet de la post-cuisson sur le module élastique. Les relaxations sont moins marquées sur le composite puisque les fibres gênent les mouvements moléculaires.

3.3 Traction simple

Cette section a pour objectif la détermination des propriétés du matériau dans le sens axial. Des essais de traction simple sur la matrice vinylester sont réalisés dans un premier temps, puis des essais de traction axiale sur le matériau composite bobiné sont menés. Le but est également de montrer l'effet de la post-cuisson sur les propriétés mécaniques des matériaux étudiées dans le paragraphe précédent.

3.3.1 Essais de traction simple sur la matrice vinylester

Les essais de traction simple sont réalisés sur la machine de traction/compression Zwick 10 kN (figure 3.4 a)). Le suivi du déplacement s'effectue selon la technique de corrélations d'images. Les éprouvettes sont de forme haltère en suivant les dimensions données par la norme NF EN 527-2 [ISO 527-2, 1993]. Les dimensions principales sont schématisées dans la figure 3.4 b) et exprimées dans le tableau 3.2 où b est la largeur de la zone utile, h l'épaisseur et L la longueur totale.



(a) Essai de traction (b) Schéma de l'éprouvette

FIGURE 3.4 – Traction simple sur la résine vinylester

b (mm)	h (mm)	L (mm)
$10,03 \pm 0,11$	$5,26 \pm 0,29$	150

TABEAU 3.2 – Dimensions des éprouvettes en résine vinylester

Cette étude a pour objectif de déterminer le module d'Young et la contrainte à rupture de la résine.

Un mouchetis est réalisé au niveau de la surface utile de l'éprouvette pour suivre le champ de déformations obtenu par corrélations d'images (figure 3.5) [Hild et Roux, 2008].

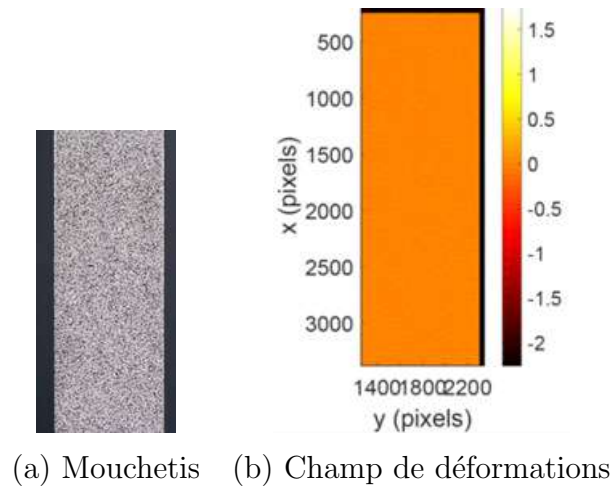


FIGURE 3.5 – Suivi du champ de déformations par corrélations d’images

La figure 3.6 présente des courbes types de contrainte en fonction du déplacement de la traverse pour montrer l’effet de la post-cuisson sur la contrainte à rupture. En effet, seul ce paramètre est à observer car le capteur de la traverse n’est pas un bon moyen d’obtention du déplacement dans le cas d’essai de traction (*cf.* partie 2.3.3). Il génère un début de courbe non linéaire. Le matériau post-cuit a une contrainte à rupture σ_r plus grande que le matériau qui ne l’est pas.

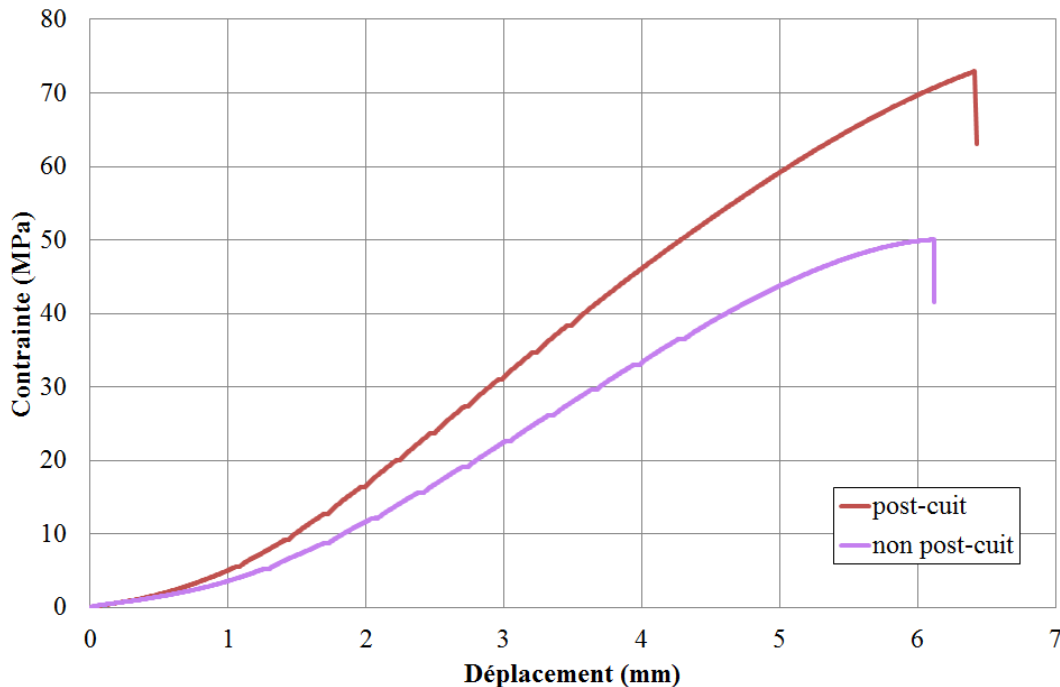


FIGURE 3.6 – Contrainte en fonction du déplacement : effet de la post-cuisson

De la même façon, les courbes de la figure 3.7 représentent la contrainte en fonction de la déformation obtenue par corrélation d'images pour un essai type. Cette dernière correspond à la moyenne du champ de déformation photographié (*cf.* figure 3.5). La pente des courbes correspond au module d'Young E du matériau. Le matériau post-cuit montre un module E plus élevé que le matériau brut.

Les valeurs sont données dans le tableau 3.3. Il s'agit d'une moyenne sur 3 essais pour chaque condition. Comme attendu, la post-cuisson améliore les propriétés du matériau puisque la réticulation du réseau tridimensionnel est complète : de 12% sur le module et de 24% sur la contrainte à rupture.

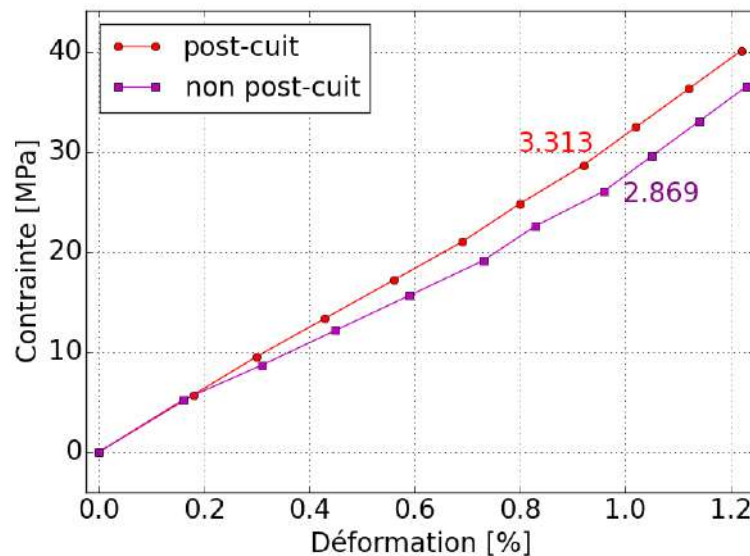


FIGURE 3.7 – Contrainte en fonction de la déformation obtenue par corrélation d'images : effet de la post-cuisson

Post-cuisson	E (GPa)	σ_r (MPa)
Non	$2,9 \pm 0,1$	57 ± 7
Oui	$3,3 \pm 0,2$	75 ± 2

TABLEAU 3.3 – Module d'Young et contrainte à rupture

Les propriétés obtenues sont conformes à celles données par le fabricant (*cf.* tableau 2.1). La contrainte à rupture est cependant sous-estimée lors des essais de traction avec un écart relatif de 13% par rapport aux données du fabricant.

3.3.2 Essais de traction simple sur le composite

Des essais de traction axiale sur le composite sont menés suivant la méthode A de la norme NF EN 1393 [NF EN 1393, 1996]. La technique expérimentale est présentée dans l'annexe A.1. Les essais sur le composite sont conduits sur deux épaisseurs d'éprouvettes, appelées respectivement type A et type B (*cf.* tableau 2.2). La longueur totale et la largeur des éprouvettes données dans la norme, sont respectivement 300 mm et 50 mm. Des talons en aluminium de 50x50 mm sont collés aux extrémités des éprouvettes pour favoriser la rupture dans la zone utile par une diminution de section et éviter des concentrations de contraintes au niveau de la prise dans les mors de la machine d'essai, ce qui pourrait conduire à une rupture prématurée de l'éprouvette dans les mors. La capacité machine (100 kN) n'est pas suffisante pour rompre les éprouvettes de type B. Seuls les modules élastiques sont alors accessibles. L'intérêt se porte ainsi dans un premier temps sur les éprouvettes de type A.

Les propriétés obtenues sont les suivantes :

- Module d'élasticité axial E_z (équation 3.5) ;
- Contrainte à rupture σ_r (équation 3.6) ;
- Déformation à rupture ϵ_r .

$$E_z = \frac{1}{bh} \frac{\Delta F}{\Delta \epsilon} \quad (3.5)$$

$$\sigma_r = \frac{F_{max}}{bh} \quad (3.6)$$

où F est la force, b la largeur et h l'épaisseur de l'éprouvette.

L'allongement, permettant de calculer la déformation, est mesuré avec un extensomètre.

3.3.2.1 Essais de traction simple : type A

L'amorçage et le développement de l'endommagement du composite sont estimés à l'aide de la technique d'émission acoustique. Cette technique permet de déterminer les différents types d'endommagement du composite (*cf.* section 2.3.3).

Les dimensions des éprouvettes de type A sont synthétisées dans le tableau 3.4.

b (mm)	h (mm)
$49,76 \pm 0,41$	$4,72 \pm 0,08$

TABLEAU 3.4 – Dimensions moyennes des éprouvettes de type A pour les essais de traction simple

La figure 3.8 montre une éprouvette dans la machine d'essai ainsi que la position des capteurs d'émission acoustique et de l'extensomètre. L'endommagement final est visible sur la figure 3.9.

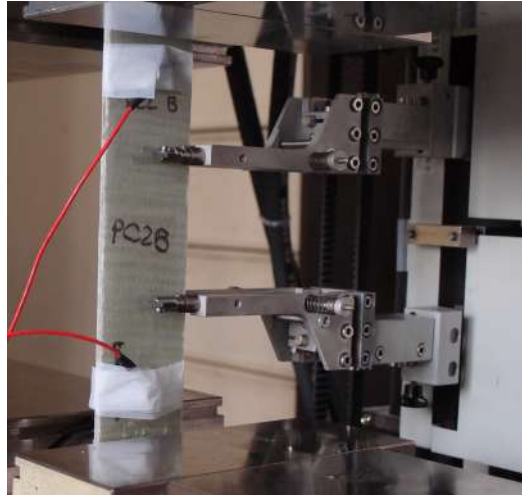


FIGURE 3.8 – Traction simple (sens axial)

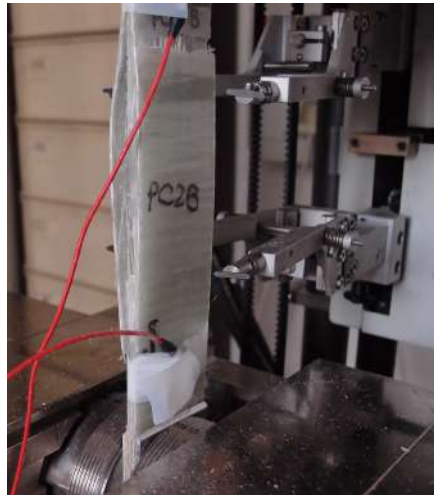


FIGURE 3.9 – Rupture de l'éprouvette après une traction simple

La figure 3.10 montre les courbes de contrainte en fonction de la déformation pour une éprouvette non post-cuite et une post-cuite. Leur allure est identique, ce qui présume que la post-cuisson ne joue pas un rôle significatif sur les propriétés mécaniques. Une légère dérive est observée à partir d'une déformation supérieure à 1,25%. Les résultats d'essais sont regroupés dans le tableau 3.5. Il s'agit d'une moyenne sur trois essais pour chaque condition. Il apparaît que la présence des fibres rend moins évident l'effet de la post-cuisson sur les propriétés mécaniques du composite étant donné la valeur des écarts-types.

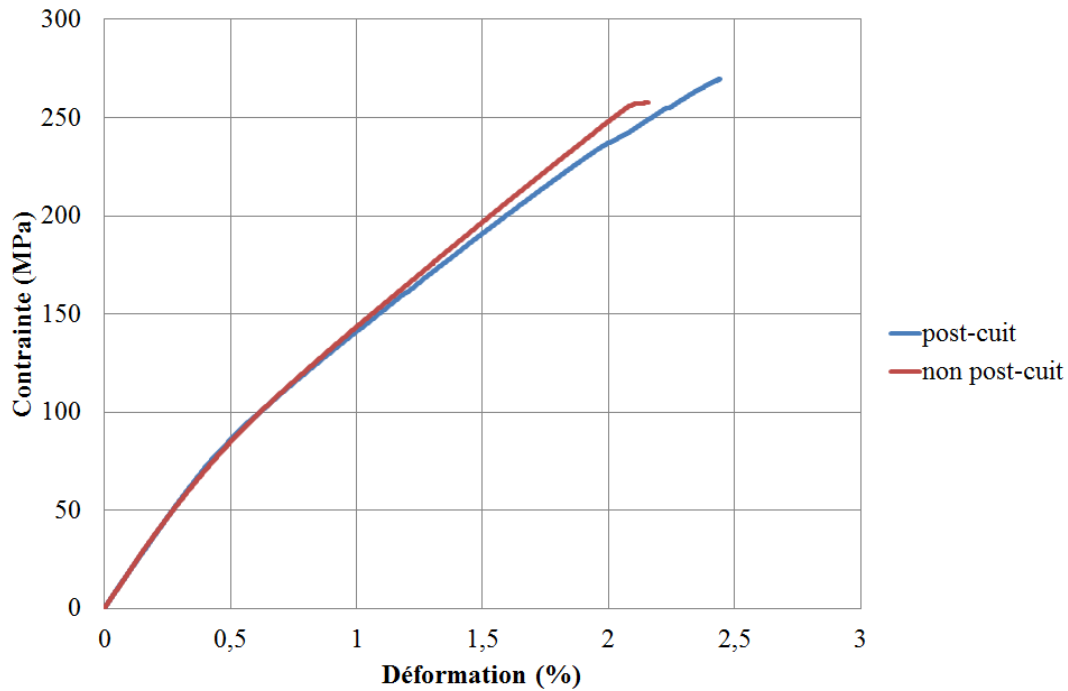


FIGURE 3.10 – Contrainte en fonction de la déformation à partir d’essai de tractions sur des éprouvettes de type A

Post-cuisson	E_z (GPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
Non	$18,67 \pm 0,26$	249 ± 18	$2,03 \pm 0,15$
Oui	$18,47 \pm 0,92$	233 ± 34	$2,01 \pm 0,42$

TABEAU 3.5 – Résultats des essais de traction simple sur les éprouvettes de type A

Des essais de traction simple et de traction cyclée sont menés. Ce dernier type d’essai est utilisé afin de voir l’accumulation de l’endommagement en fonction de la déformation appliquée. La contrainte en fonction de la déformation est tracée (figure 3.11), ce qui permet d’exprimer la chute de module en fonction de la déformation (figure 3.12). Il s’agit de courbes pour un seul essai dans chaque condition. Cela permet de conclure que la post-cuisson ne modifie pas les modules lors d’une traction cyclée. Le module chute de 30% entre la zone élastique ($\epsilon=0,1\%$) et une déformation longitudinale de 1,4%.

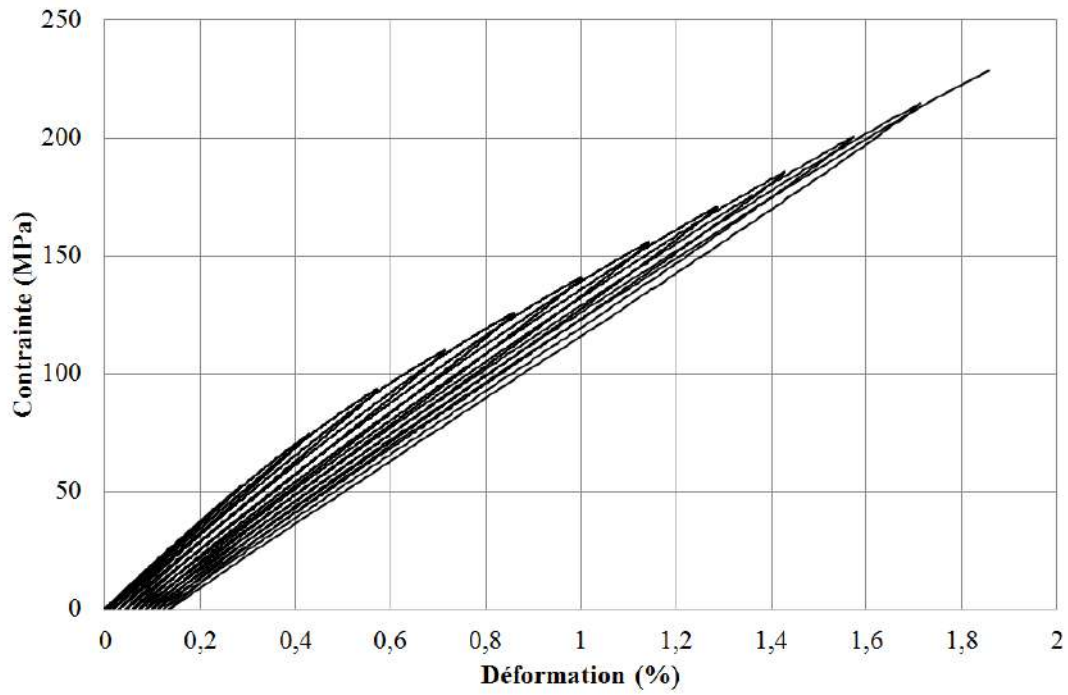


FIGURE 3.11 – Contrainte en fonction de la déformation pour un essai de traction cyclée sur une éprouvette non post-cuite

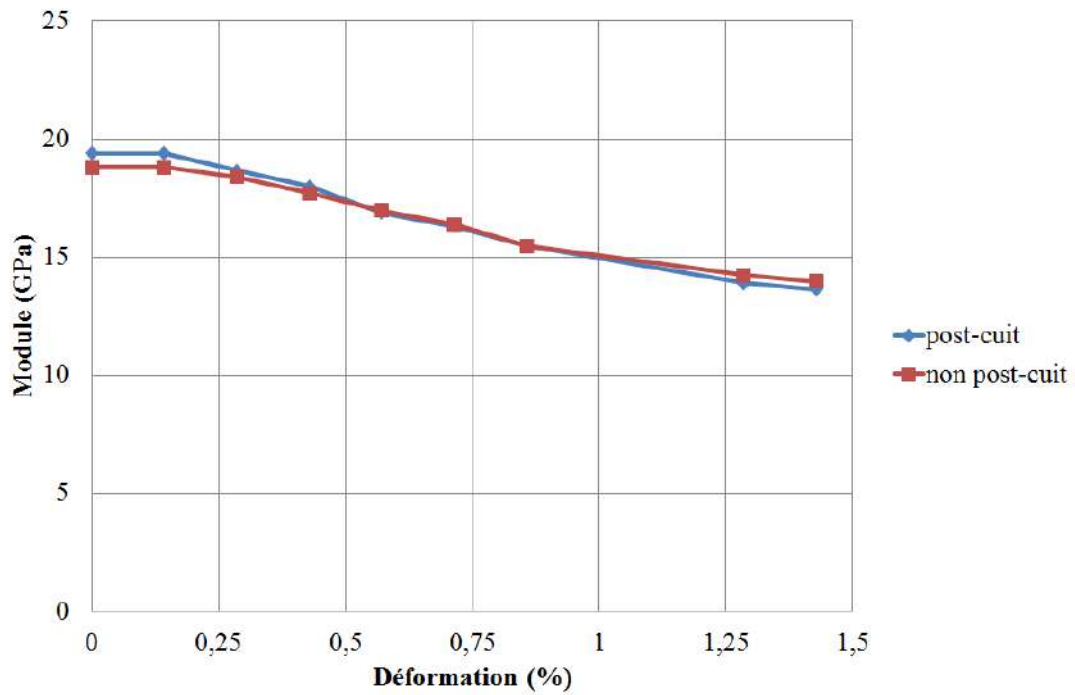


FIGURE 3.12 – Chute de module en fonction de la déformation

Endommagement

La figure 3.13 présente une courbe d'essai jusqu'à la rupture du matériau ainsi que la réponse des capteurs d'émission acoustique en terme d'amplitude en fonction du temps. Chaque point sur le nuage d'amplitudes correspond à un évènement acoustique et donc à un endommagement. Des amplitudes allant de 45 à 100 dB, des évènements apparaissent ce qui signifie que tous les modes d'endommagement sont rencontrés dans l'éprouvette. Les observations microscopiques présentées plus loin dans cette sous-partie le confirment.

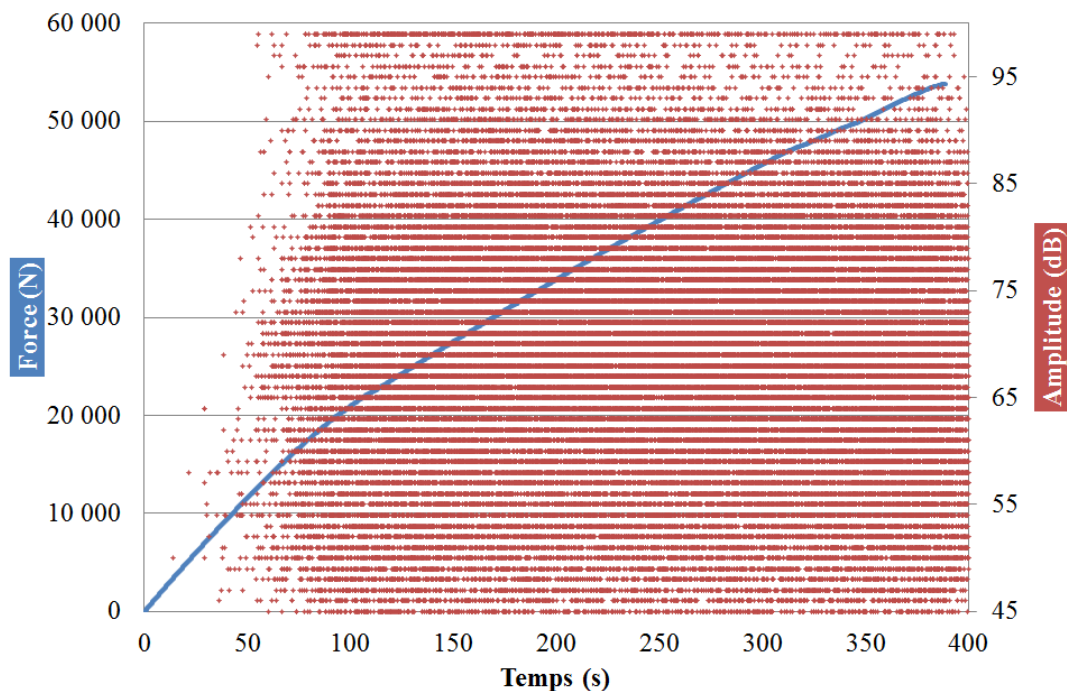


FIGURE 3.13 – Force et amplitude en fonction du temps

Par ailleurs, les capteurs d'émission acoustique révèlent une croissance linéaire du nombre de coups cumulés. Ce facteur est également caractéristique de l'endommagement du matériau (figure 3.14). Cette courbe permet de montrer que le démarrage de l'activité acoustique est corrélé avec la fin du domaine élastique du matériau. Cette information est cohérente avec les données d'amplitudes qui montrent la même tendance, puisqu'à partir d'un évènement on extrait entre autres les coups et l'amplitude.

L'outil d'émission acoustique permet aussi de localiser les différents évènements sur l'éprouvette. La figure 3.15 présente l'amplitude des évènements en fonction de leur position. On remarque qu'une symétrie est visible. Les évènements sont plus concentrés aux extrémités de l'éprouvette. Leur amplitude moyenne est plus grande qu'au centre.

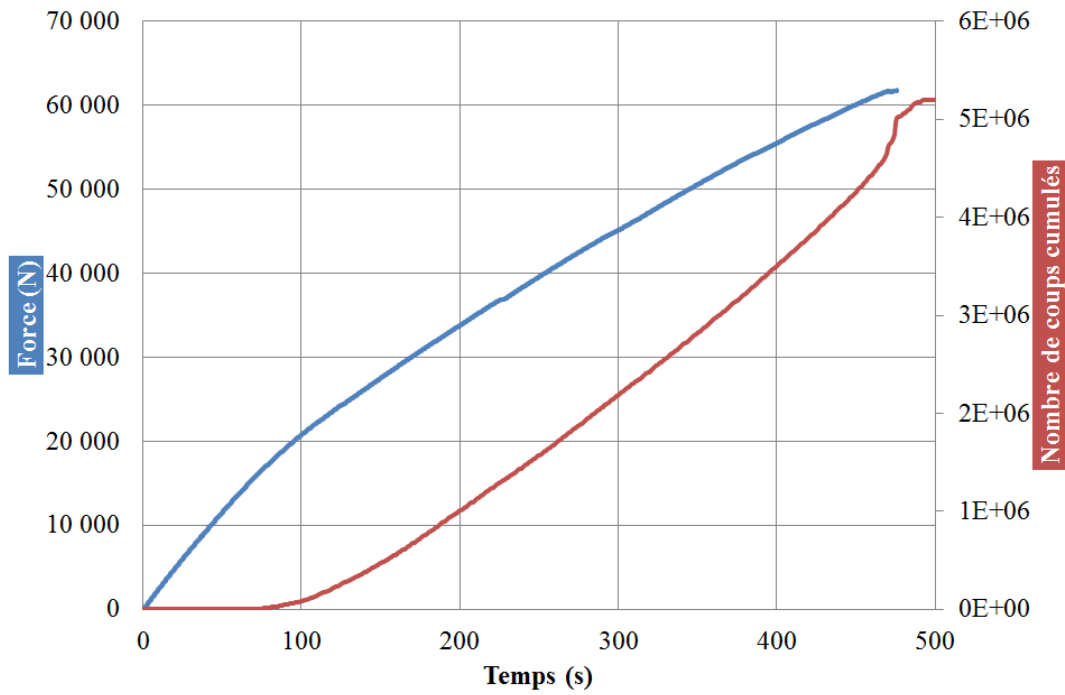


FIGURE 3.14 – Force et nombre de coups cumulés en fonction du temps

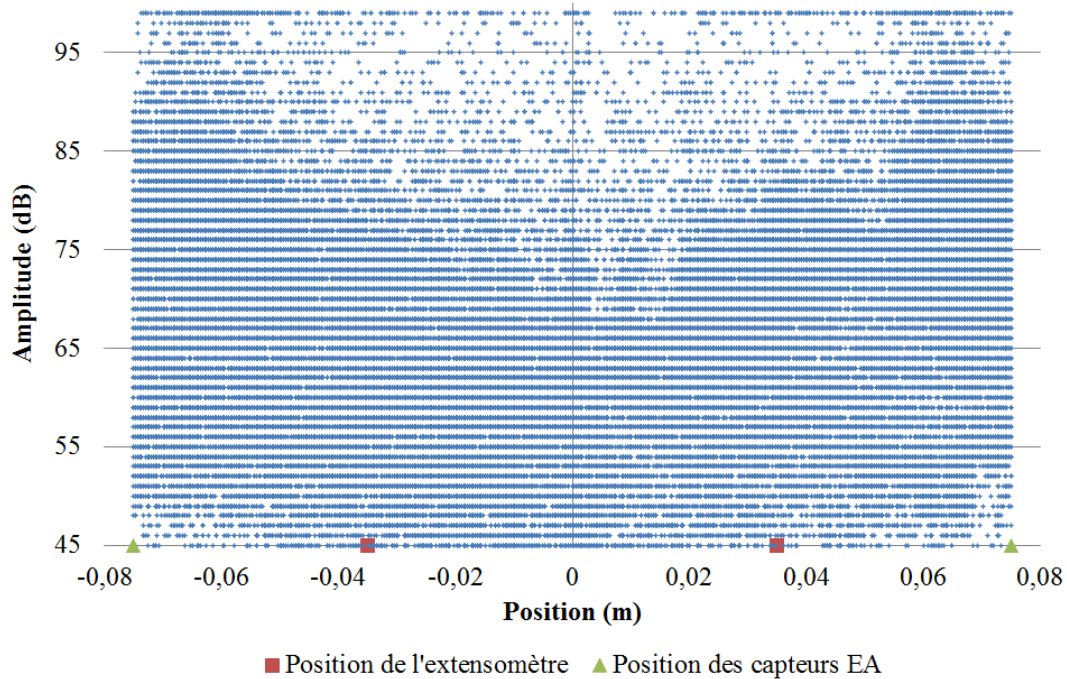


FIGURE 3.15 – Amplitude en fonction de la position

Des observations au microscope optique montrent de la décohésion fibres/matrice (figure 3.16) et de la rupture de fibres (figure 3.17). La décohésion traverse les plis en passant par les porosités. Le délaminage est plus délicat à observer étant donné que la résine d'enrobage est de la même couleur que la résine de l'éprouvette. En revanche, ce mode d'endommagement est visible de façon macroscopique (*cf.* figure 3.9).

Ces observations confirment les données obtenues par émission acoustique qui montrent que tous les types d'endommagement sont présents.

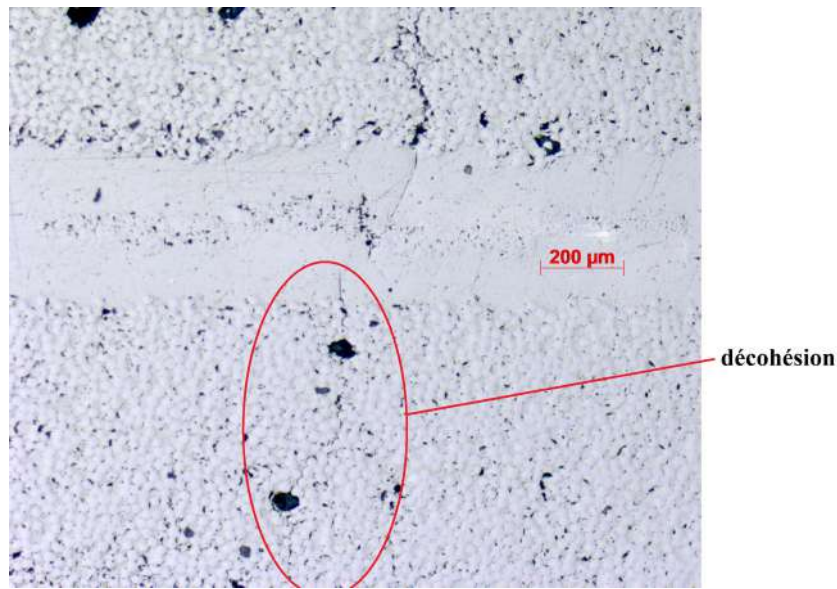


FIGURE 3.16 – Décohésion fibres/matrice après un essai de traction sur une éprouvette de type A

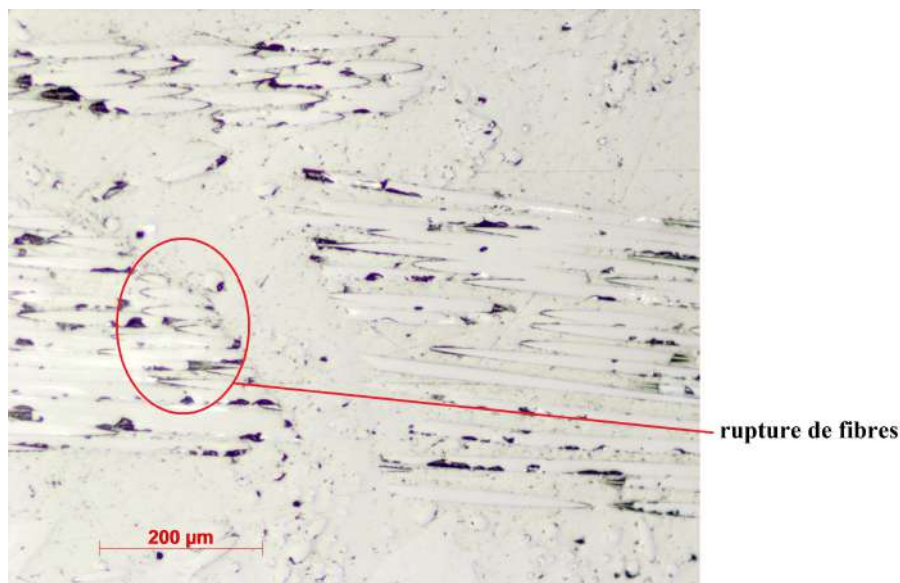


FIGURE 3.17 – Rupture de fibres après un essai de traction sur une éprouvette de type A

3.3.2.2 Essais de traction simple : type B

Dans un second temps, des essais de traction sur des éprouvettes de type B sont réalisés. La machine d'essais possède un capteur de charge de 100 kN, ce qui est insuffisant pour rompre l'éprouvette. Il faudrait environ 300 kN en considérant les contraintes à rupture des matériaux de types A et B identiques. Seul le domaine élastique est ici étudié. L'objectif est de déterminer le module axial E_z ainsi que le coefficient de Poisson ν de l'empilement. Ces valeurs seront comparées avec celles obtenues dans les études des prochains paragraphes. Les dimensions des éprouvettes sont synthétisées dans le tableau 3.6.

b (mm)	h (mm)
$49,88 \pm 0,09$	$22,40 \pm 0,22$

TABLEAU 3.6 – Dimensions moyennes des éprouvettes de type B pour les essais de traction simple

Le déplacement longitudinal est mesuré avec un extensomètre dont les couteaux sont écartés de 70 mm. Un suivi des déformations locales longitudinale ϵ_l et transverse ϵ_t est également effectué avec une jauge biaxiale. La figure 3.18 montre l'essai avec l'instrumentation. La courbe de l'essai montrant la contrainte en fonction de la déformation est donnée sur la figure 3.19.



FIGURE 3.18 – Traction simple et instrumentations : éprouvette de type B

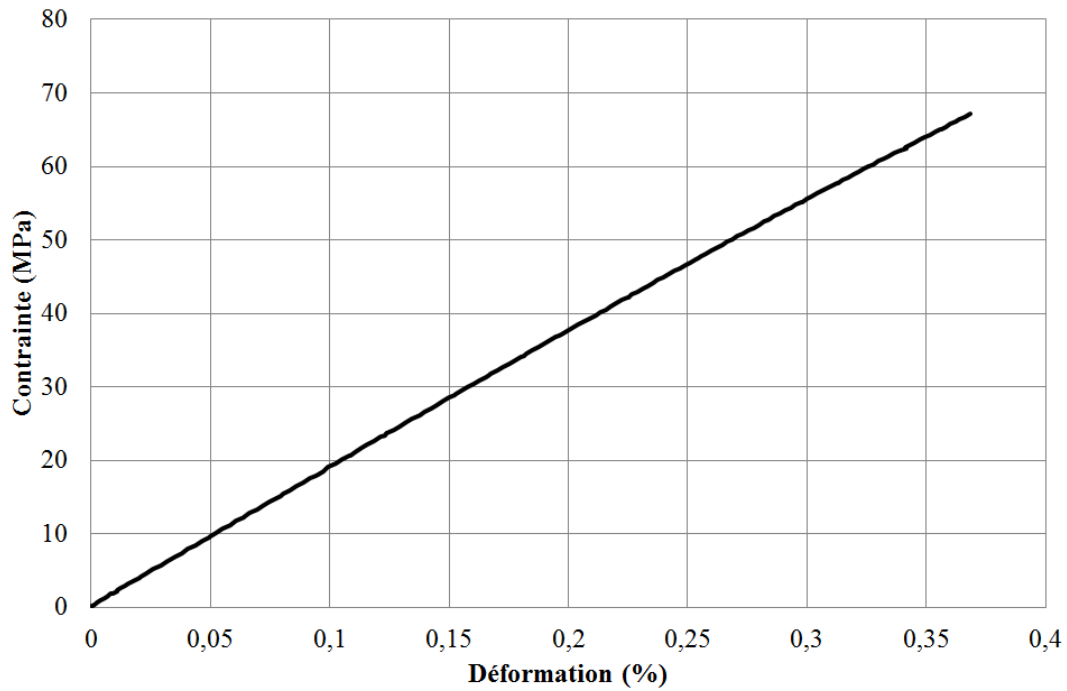


FIGURE 3.19 – Contrainte en fonction de la déformation à partir d'un essai de traction sur une éprouvette de type B

Le coefficient de Poisson ν est obtenu suivant l'équation 3.7. Il s'agit de la pente de la courbe présentée sur la figure 3.20 où ϵ_t est pris positif.

$$\nu = -\frac{\epsilon_t}{\epsilon_l} \quad (3.7)$$

Les résultats sont donnés dans le tableau 3.7. Le module d'Young est du même ordre de grandeur que pour les éprouvettes de type A, étant donné l'écart-type. De la même façon, la post-cuisson ne montre pas de modification significative sur les propriétés mesurées ici.

Post-cuisson	E_z (GPa)	ν
Non	$18,41 \pm 0,68$	$0,17 \pm 0,01$
Oui	$18,97 \pm 0,67$	$0,18 \pm 0,02$

TABLEAU 3.7 – Résultats des essais de traction simple sur les éprouvettes de type B

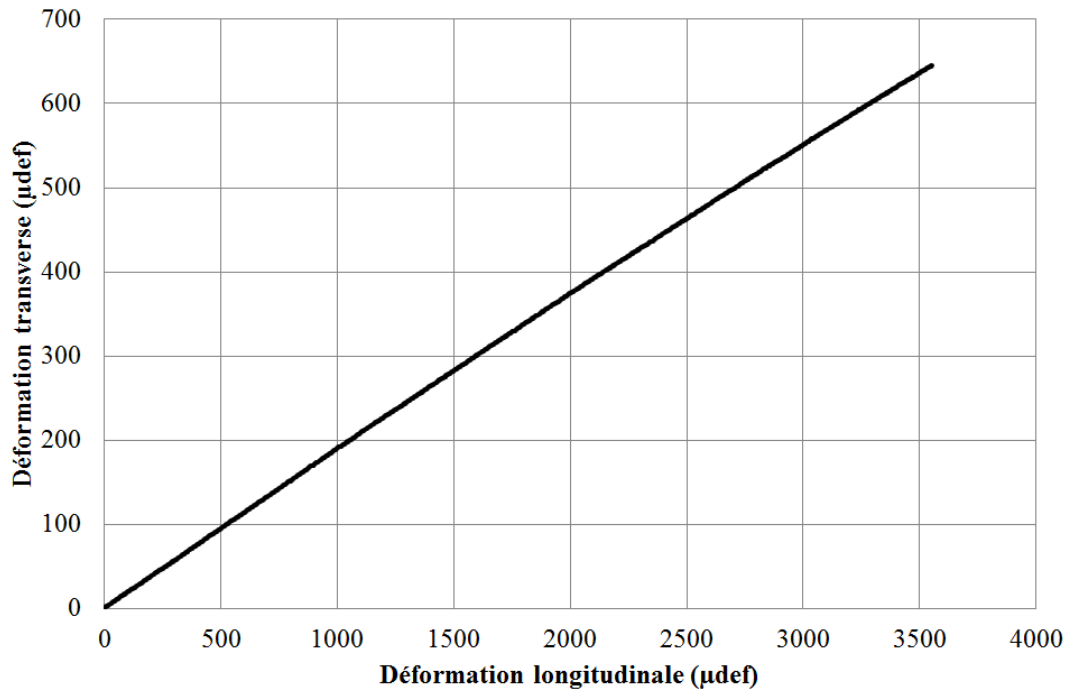


FIGURE 3.20 – Déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale à partir d'un essai de traction sur une éprouvette de type B

3.3.3 Conclusion sur la traction simple

Les essais de traction simple ont permis de déterminer les propriétés mécaniques de la résine vinylester et celles du matériau composite verre/vinylester. Ces propriétés concernent tout l'empilement. Dans la suite, l'objectif est de caractériser le pli unidirectionnel.

Par ailleurs, cette étude nous a montré l'effet de la post-cuisson sur les propriétés de la résine et son indépendance sur celles du composite.

Les endommagements ont également été caractérisés sur les éprouvettes de type A, par l'utilisation de capteurs d'émission acoustique au cours des essais et des observations au microscope optique en post-traitement. Tous les modes d'endommagement sont observables : délaminage, décohésion et rupture de fibres.

3.4 Compression radiale

L'objectif de la section est d'obtenir les modules d'élasticité du pli unidirectionnel. La démarche consiste à valider l'approche expérimentale de compression radiale sur des tubes de diamètre plus faible que celui de la structure réelle, puis à l'appliquer à cette structure.

3.4.1 Essais préliminaires

Des essais préliminaires de compression radiale sont conduits afin de comprendre les mécanismes mis en jeu et les éventuels effets propres au matériau composite réalisé par enroulement filamentaire.

Afin de valider le protocole expérimental, l'essai de compression radiale est dans un premier temps mené sur un tube en aluminium. Des tubes en verre/époxy de différentes dimensions sont dans un second temps testés pour appréhender les effets matériau et procédé.

3.4.1.1 Validation du protocole expérimental

L'essai de compression radiale [NF EN 1228, 1996] (*cf.* annexe A.3) est préféré pour sa simplicité de mise en oeuvre contrairement à l'essai de traction circonférentielle [NF EN 1394, 1996] (*cf.* annexe A.2), qui nécessite un dispositif d'essai spécifique à chaque diamètre de tube et des éprouvettes profilées. Dans cette partie sur les essais préliminaires, seule la méthode directe *via* l'utilisation d'un modèle analytique ou numérique est présentée (*cf.* paragraphe 1.4).

L'essai consiste à comprimer le tube radialement entre deux plateaux de compression (figure 3.21). La machine d'essai de compression est une Zwick 100 kN. Un mouchetis dans l'épaisseur est réalisé afin de suivre le champ de déplacements du tube durant l'essai. Le déplacement est suivi soit sur une portion de tube (figure 3.22 a)), soit sur le tube entier (figure 3.22 b)). Le premier type de suivi est localisé sur une zone d'environ $5 \times 3 \text{ mm}^2$ (figure 3.23), ce qui ne couvre pas toute l'épaisseur du tube.

Eprouvette

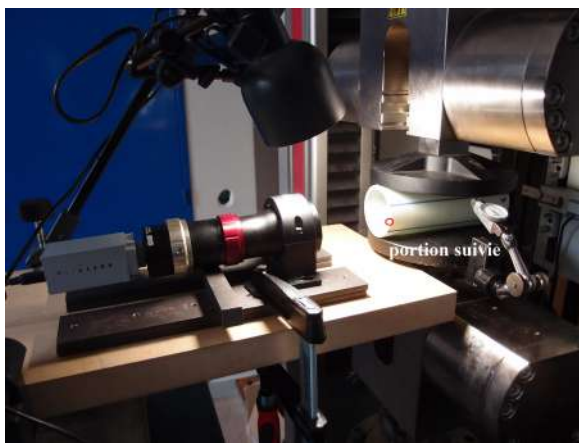
L'essai est mené sur un tube en aluminium dont les dimensions sont données dans le tableau 3.8 avec d_i le diamètre intérieur, l la longueur et h l'épaisseur. L'aluminium est un matériau isotrope et le procédé de fabrication du tube n'induit pas de contraintes internes.

d_i (mm)	l (mm)	h (mm)
60	200	5

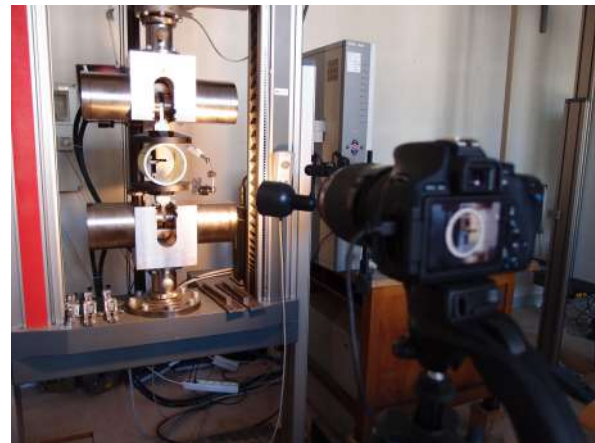
TABLEAU 3.8 – Dimensions du tube en aluminium pour l'essai de compression radiale



FIGURE 3.21 – Essai de compression circonférentielle



(a) Suivi sur une portion de tube



(b) Suivi du tube entier

FIGURE 3.22 – Instrumentations de l'essai de compression radiale

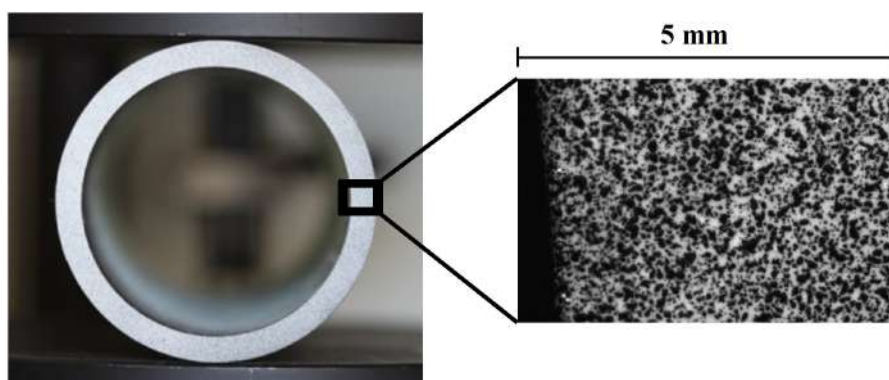


FIGURE 3.23 – Suivi de la déformée sur la tranche latérale d'un tube en compression

Mesures sur une zone latérale

Les déplacements U et V (figure 3.24) sont calculés de trois manières différentes :

- par corrélation d’images ;
- par un calcul numérique ;
- par le capteur traverse de la machine et un modèle analytique.

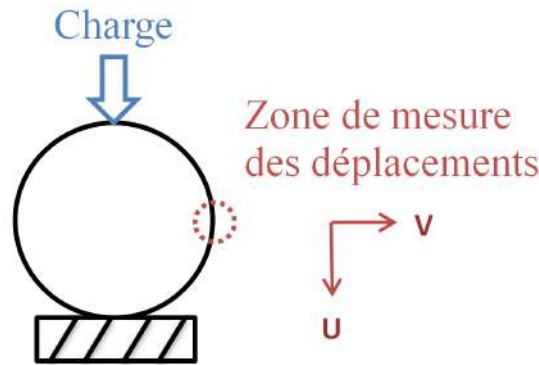


FIGURE 3.24 – Schématisation de la zone du suivi du champ de déplacements

Les déplacements U et V obtenus par corrélation d’images correspondent à une moyenne du champ de déplacements de la zone photographiée.

Les simulations numériques par éléments finis, nécessaires pour la méthode inverse, sont conduites avec le logiciel Abaqus CAE. Le modèle choisi utilise des éléments finis solides 3D (C3D8R). Ce dernier n’admet aucune hypothèse simplificatrice contrairement au modèle coque. Après une étude de sensibilité considérant un écart relatif sur l’écrasement inférieur à 0,1%, la taille de maille est prise égale à 1 mm, ce qui permet d’avoir 5 éléments dans l’épaisseur de l’anneau (figure 3.25 a)). Le chargement est appliqué sur la partie haute de l’anneau sous forme de pression surfacique correspondant à 1% de la surface totale extérieure. La partie basse de l’anneau est libérée en translation suivant l’axe de révolution, et bloquée suivant les autres directions (figure 3.25 b)). Les propriétés du matériau sont prises isotropes avec 69 GPa comme module d’Young et 0,3 comme coefficient de Poisson, ce qui correspond aux données classiques pour un aluminium [Vargel, 2005].

Les déplacements U et V obtenus numériquement correspondent à une moyenne surfacique identique à celle photographiée pour la corrélation d’images.

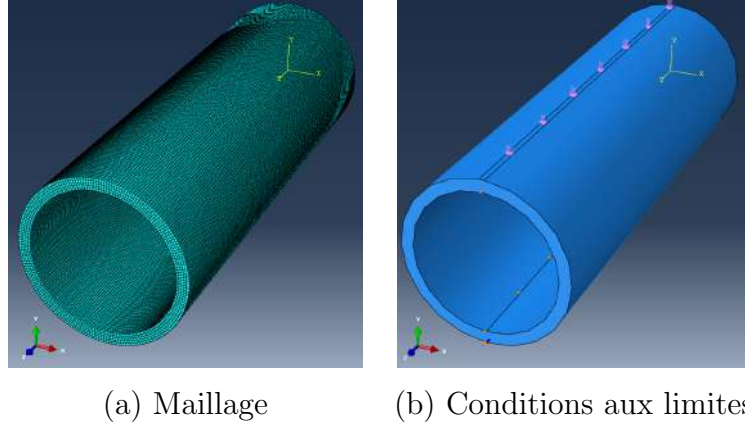


FIGURE 3.25 – Modélisation numérique de la compression radiale

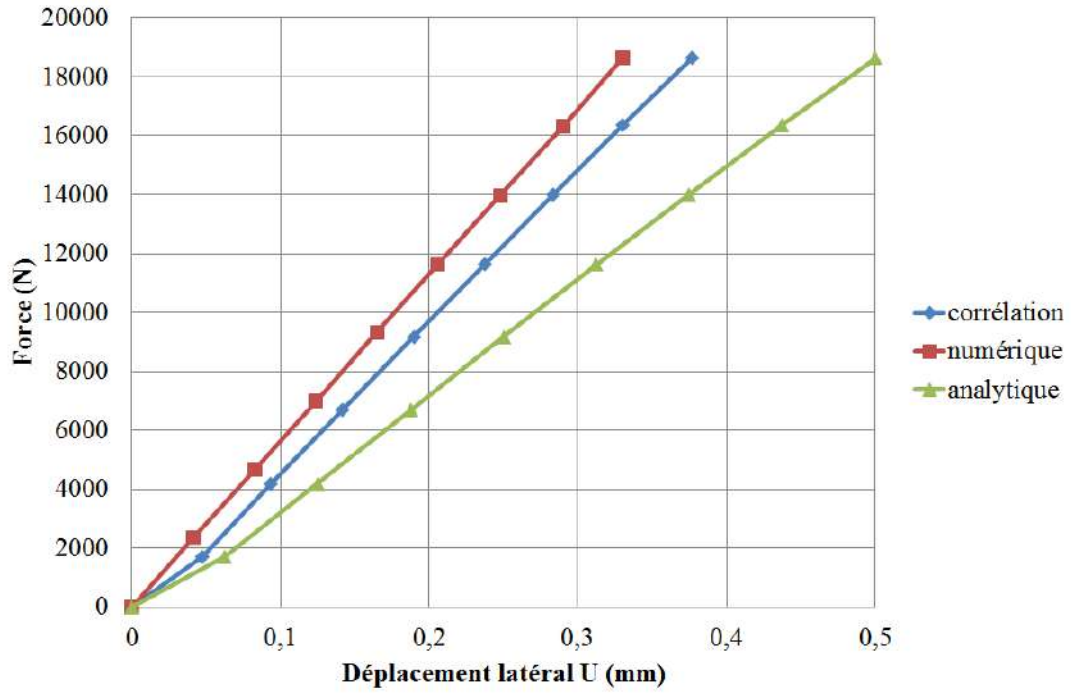
Analytiquement, les déplacements U et V sont régis par les équations 3.8 et 3.9.

$$U = \frac{y}{2} \quad (3.8)$$

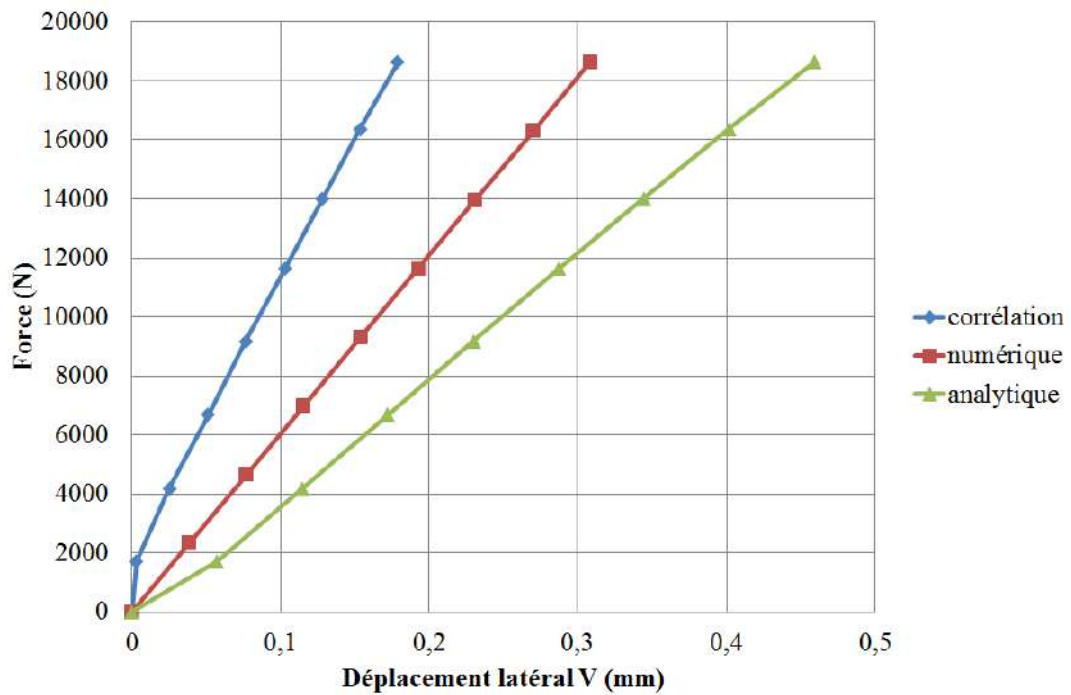
$$V = y \frac{4 - \pi}{\pi^2 - 8} \quad (3.9)$$

avec y le déplacement supérieur de l'anneau, donné par le capteur de la traverse. La seconde formule est extraite de la Théorie de la stabilité élastique de Timoshenko [Timoshenko, 1966].

La figure 3.26 présente la force appliquée en fonction du déplacement U (figure 3.26 a)) ou V (figure 3.26 b)) mesuré selon les trois méthodes précédentes. Un décalage notable des courbes entre les différentes approches est visible. Les valeurs de déplacement, pour une force donnée, obtenues avec le modèle analytique sont supérieures à celles des autres méthodes. La traverse (*via* le modèle analytique) donne en effet, des valeurs plus grandes par rapport à un suivi local puisque des jeux peuvent apparaître entre les plateaux de compression et le tube par exemple. Le tube n'a pas nécessairement un diamètre extérieur constant.



(a) Force en fonction du déplacement U



(b) Force en fonction du déplacement V

FIGURE 3.26 – Courbes comparatives de plusieurs techniques pour la détermination des déplacements : cas de l'aluminium

Le modèle numérique et la corrélation d'images montrent des valeurs voisines (14% d'écart relatif) pour le déplacement U , mais une différence plus nette est visible sur la mesure du déplacement V . Plusieurs raisons peuvent l'expliquer. Le tube se déplace également vers le bas ce qui décale en diagonale la zone photographiée et non dans une seule direction. En général, la corrélation d'images est utilisée sur des essais de traction où l'éprouvette se déplace dans la direction du chargement par rapport à l'appareil photo, et dans la direction transverse mais de façon symétrique (effet Poisson). Par ailleurs, l'épaisseur du tube n'est pas photographiée dans son ensemble puisque l'on est limité à une largeur de 5 mm. Le champ de déplacements ainsi mesuré, néglige donc les bords, ce qui entraîne une variation sur la valeur réelle des déplacements. Un décalage possible peut être aussi dû au fait que la déformation du matériau n'est pas dans le plan, ce qui implique une mesure plus faible que la réalité. L'objectif de l'appareil photo n'est pas exactement parallèle à la surface étudiée. L'explication la plus probable concerne un problème de symétrie droite/gauche lors du chargement. Ce sujet sera précisé plus loin.

Mesures sur le tube entier

Après une étude sur une partie localisée du tube, le paragraphe se consacre ici à une étude sur le tube entier. Il s'agit de visualiser la déformée globale du tube ainsi que celle des plateaux de compression. La démarche est identique au paragraphe précédent. L'écrasement, noté y (figure 3.27) est mesuré de trois façons différentes :

- par corrélation d'images ;
- par un calcul numérique ;
- par le capteur traverse de la machine.

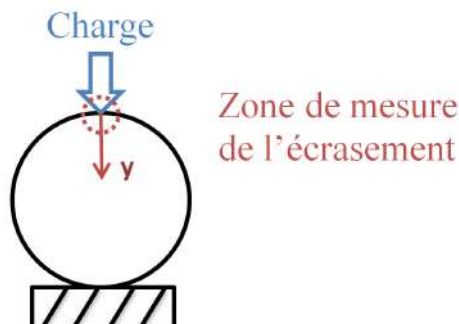


FIGURE 3.27 – Schématisation de la zone de mesure de l'écrasement

La corrélation d'images est réalisée sur l'ensemble de la tranche de l'anneau et des plateaux de compression. La figure 3.28 montre un champ de déplacements dans la direction du chargement. Cela permet d'ajuster la valeur de l'écrasement en fonction du déplacement mesuré sur d'autres zones. La valeur de l'écrasement mesurée par corrélation d'images est soustraite à la valeur du déplacement du plateau inférieur pour trouver

la valeur de l'écrasement réel. En effet, le plateau inférieur est supposé être immobile au cours de l'essai.

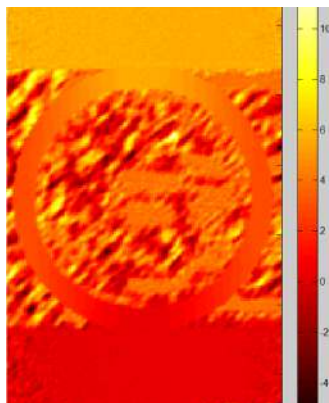


FIGURE 3.28 – Champ de déplacements dans la direction du chargement, donné par corrélation d'images : cas de l'aluminium - 1 pixel = $37,6\mu m$

La figure 3.29 présente la force en fonction de l'écrasement pour les différentes techniques de mesure. Le recalage de l'écrasement dans la mesure par corrélations permet de coïncider avec les valeurs de la simulation numérique. Le capteur de la traverse pose le même problème que précédemment. Il surestime l'écrasement réel du matériau puisque qu'à cela s'ajoute le déplacement des plateaux par rapport au bâti de la machine et le jeu entre les plateaux et l'éprouvette.

Cette étude permet également de montrer que le champ de déplacements dans le sens perpendiculaire à la direction de chargement n'est pas symétrique entre la droite et la gauche de l'anneau (figure 3.30). L'écart relatif est de l'ordre de 35%. Il est en revanche symétrique pour ce qui est du champ de déplacements dans la direction de la charge. Ce phénomène de dissymétrie explique l'écart entre le déplacement latéral V mesuré par corrélation et celui obtenu numériquement (figure 3.26 b)).

L'application de l'équation 1.1 extraite de la Théorie de la stabilité élastique de Timoshenko [Timoshenko, 1966], avec les données expérimentales obtenues donne un module de $68,2$ GPa. Ce résultat qui correspond à une valeur classique de module d'Young d'un aluminium, permet de valider notre protocole expérimental avec la technique de corrélation d'images.

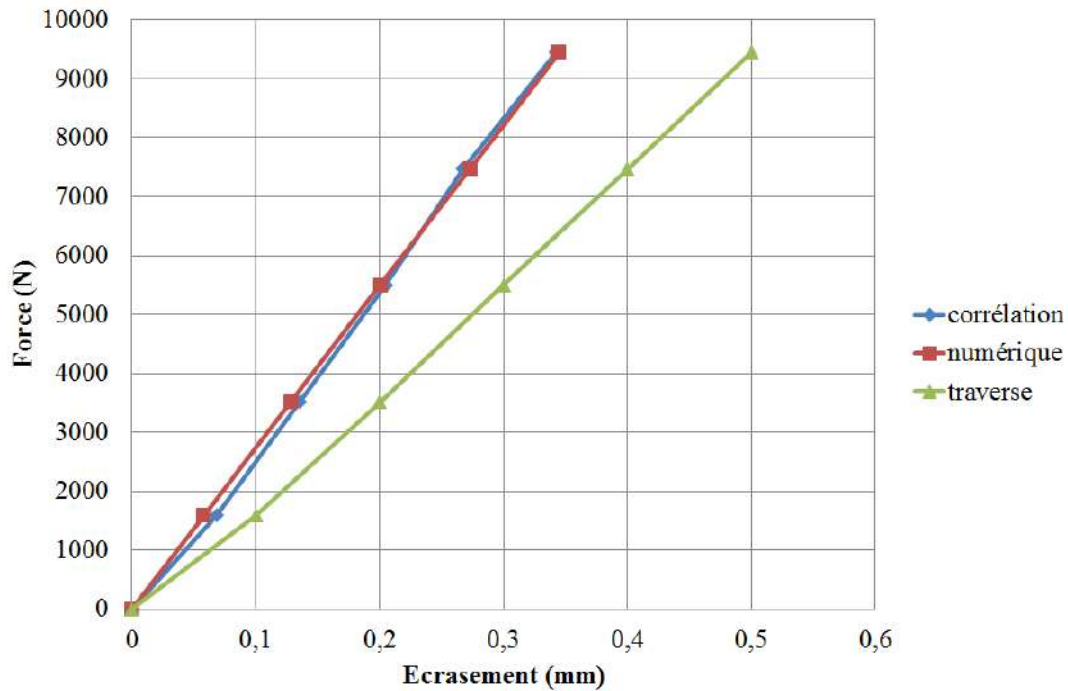


FIGURE 3.29 – Courbes comparatives de la force en fonction de l'écrasement à partir de plusieurs techniques de mesure

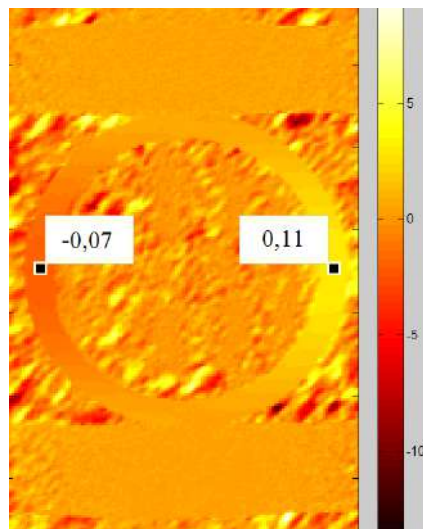


FIGURE 3.30 – Champ de déplacements dans la direction perpendiculaire au chargement, donné par corrélation d'images : cas de l'aluminium - 1 pixel = $36,8\mu m$

Finalement, cette étude préliminaire sur un tube en aluminium a permis de valider le protocole expérimental, grâce à un modèle numérique servant de point de référence pour l'adaptation du protocole. La mesure d'un déplacement local est plus précise puisque la densité de pixels sur une même zone est plus importante, mais l'environnement expérimental est alors négligé. Il sera donc préférable de faire une mesure de champ de déplacements

sur l'ensemble du tube. La mesure par corrélations d'images est indispensable, puisque le capteur de la traverse ne permet pas de rendre compte de l'écrasement réel du matériau. Cette technique est donc utilisée dans la suite de cette section.

3.4.1.2 Effets matériau et géométrique des tubes

Le protocole expérimental étant validé, les essais sur des tubes en composite réalisés par enroulement filamentaire sont conduits. Le matériau utilisé est ici du verre/époxyde. Il présente l'avantage d'aboutir à un tube avec une faible variation d'épaisseur, moins de 3%. La face extérieure est très lisse par rapport à un tube en verre/vinylester de même dimension.

L'objectif est ici de faire des essais sur plusieurs dimensions de tubes afin de comprendre les phénomènes matériau et procédé, et d'obtenir les propriétés élastiques du matériau. Cela permettra de l'appliquer ensuite sur un tube quelconque. Dans le prochain paragraphe, cette technique servira sur un anneau en verre/vinylester de grande dimension.

L'étude se déroule en deux étapes. L'intérêt se porte tout d'abord sur la variation de diamètre des tubes, et ensuite sur leur variation de longueur.

Les tubes en fibres de verre E 1200tex et résine époxyde à base de DGEBA sont fabriqués par enroulement filamentaire avec un empilement à $[\pm 89]$, l'angle de 90° n'étant pas réalisable avec ce procédé. La précision sur l'angle de dépose des fibres est étudiée par la suite.

Variation de diamètre

Concernant l'étude sur la variation de diamètre (ou de courbure), cinq dimensions sont testées (figure 3.31). Elles sont résumées dans le tableau 3.9 avec d_i le diamètre intérieur, l la longueur et h l'épaisseur. Ces tubes sont comprimés radialement de la même façon que le tube en aluminium. La norme NF EN 1228 précise que la déflexion relative, *i.e.* l'écrasement maximum sur le diamètre moyen ne doit pas dépasser 3%. Cependant, le matériau doit aussi rester dans son domaine élastique. Pour cela, il ne faut pas dépasser un écrasement de 1 mm pour le tube de plus faible diamètre. C'est pour cela que cette valeur d'écrasement est sélectionnée pour tous les tubes.

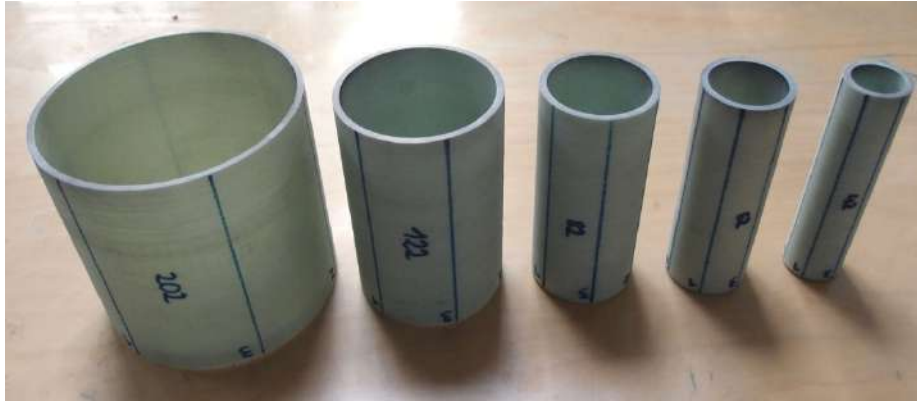


FIGURE 3.31 – Tubes en verre/époxyde de différents diamètres

d_i (mm)	l (mm)	h (mm)
40	200	6
60	200	6
80	200	6
120	200	6
200	200	6

TABLEAU 3.9 – Dimensions des tubes en verre/époxyde pour les essais de compression radiale

La figure 3.32 présente la force en fonction de l'écrasement pour les différents diamètres étudiés. La force est représentée en valeur absolue. Plus le tube a un diamètre faible, plus l'effort nécessaire pour obtenir la même déflexion est élevé. L'écrasement donné par la courbe provient du capteur de la traverse. Ayant vu dans le paragraphe précédent que cette valeur ne correspondait pas à la réalité, d'autres méthodes de mesure sont employées. La technique de corrélations d'images est appliquée sur la totalité de l'anneau. Pour suivre l'écartement entre les plateaux lors de l'essai, un comparateur est également installé (figure 3.33). De plus, pour compléter l'étude, des simulations numériques par éléments finis sont conduites. Le modèle est identique à celui pris pour l'aluminium dans le paragraphe précédent. En revanche, le matériau est pris isotrope transverse avec les propriétés données dans le tableau 3.10. Le repère local est cylindrique pour suivre la direction des fibres.

E_l (MPa)	E_t (MPa)	G_{lt} (MPa)	ν_{lt}
45 000	12 000	4 500	0,3

TABLEAU 3.10 – Propriétés mécaniques classiques d'un pli unidirectionnel en verre/époxyde avec un taux volumique de fibres de 60% [Gay, 2005]

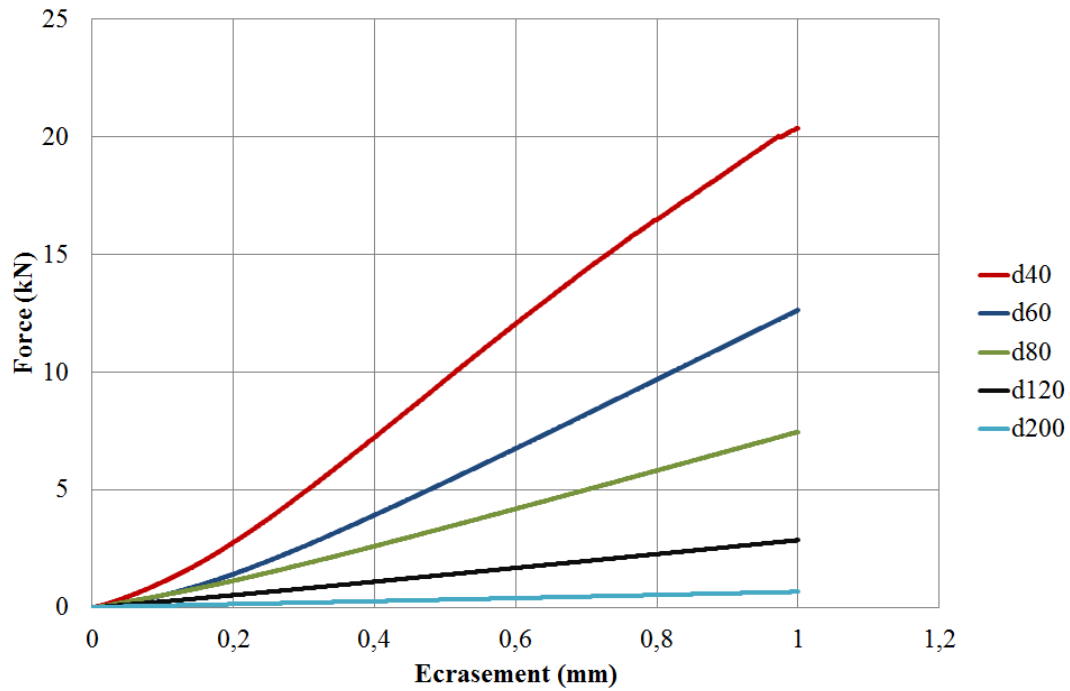


FIGURE 3.32 – Force en fonction de l'écrasement pour différents diamètres de tubes

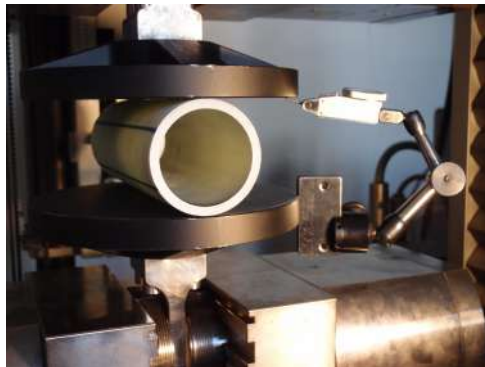


FIGURE 3.33 – Suivi de l'écartement entre les plateaux par un comparateur

Les courbes de la figure 3.34 présentent la force en fonction de l'écrasement à partir de plusieurs techniques expérimentales et numérique. L'écrasement est limité ici à 0,5 mm puisqu'au-delà de cette valeur le champ de déplacements mesuré par corrélation d'images est hors plan.

Les techniques expérimentales (traverse, corrélation et comparateur) donnent des résultats similaires à partir du diamètre 60 mm. Pour le diamètre 40 mm, l'écart entre la valeur donnée par la traverse et celles obtenues par le comparateur ou la corrélation d'images renvoie au même phénomène que lors de l'essai sur le tube en aluminium. Etant donnés les niveaux d'efforts mis en jeu, par rapport aux tubes de plus grands diamètres, un mouvement des plateaux par rapport au bâti de la machine est à privilégier.

Par ailleurs, quel que soit le diamètre, la courbe numérique montre une discordance

avec les valeurs expérimentales. Cet écart est d'autant plus important que le diamètre est faible. Cela montre que le modèle numérique ne reproduit pas correctement l'expérience et que des phénomènes ne sont pas pris en compte.

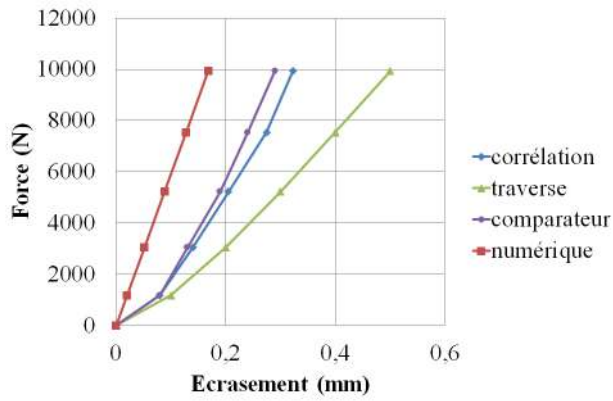
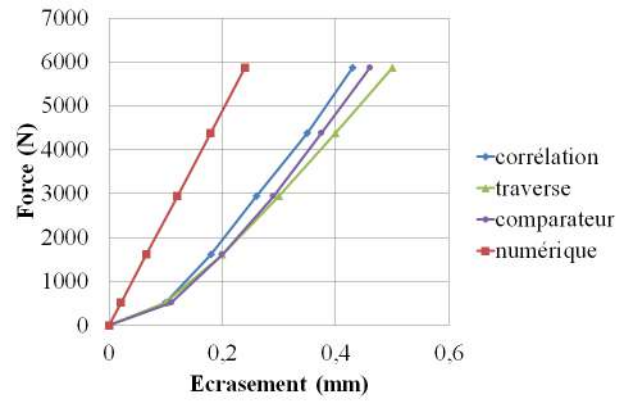
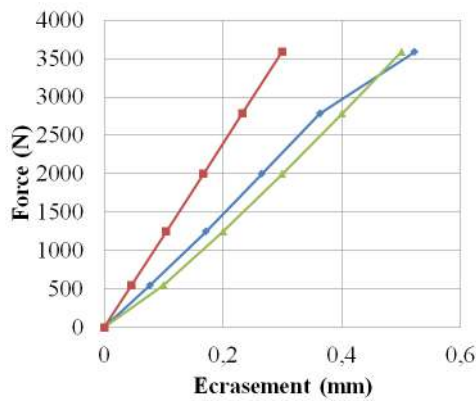
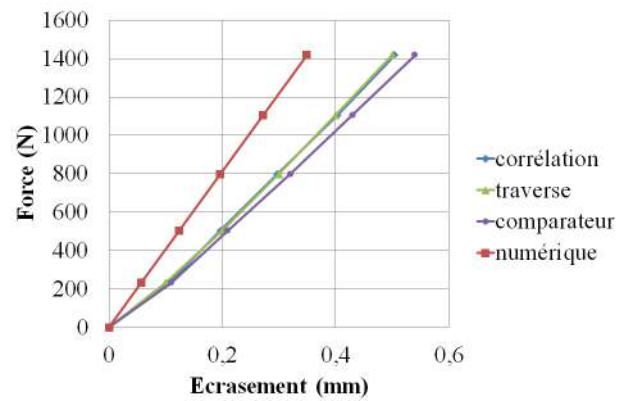
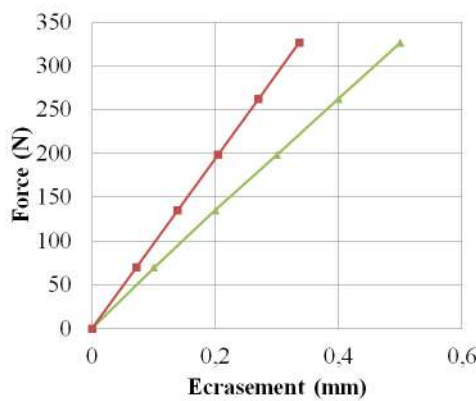
(a) $d_i = 40mm$ (b) $d_i = 60mm$ (c) $d_i = 80mm$ (d) $d_i = 120mm$ (e) $d_i = 200mm$

FIGURE 3.34 – Courbes comparatives de plusieurs techniques pour la détermination de l'écrasement sur des tubes en verre/époxy de différents diamètres

Le module apparent est calculé *via* la relation 1.1 en prenant l'écrasement obtenu par corrélations d'images, donc expérimentalement ou celui obtenu numériquement. La figure 3.35 présente le module apparent en fonction du diamètre intérieur du tube en comparant les deux méthodes. Le module apparent augmente avec le diamètre. Finalement, la formule du module apparent (équation 1.1) ne permet pas de retrouver, pour les faibles diamètres, la valeur attendue de 45 GPa à partir des données de la simulation numérique. Différentes raisons sont exposées dans la suite.

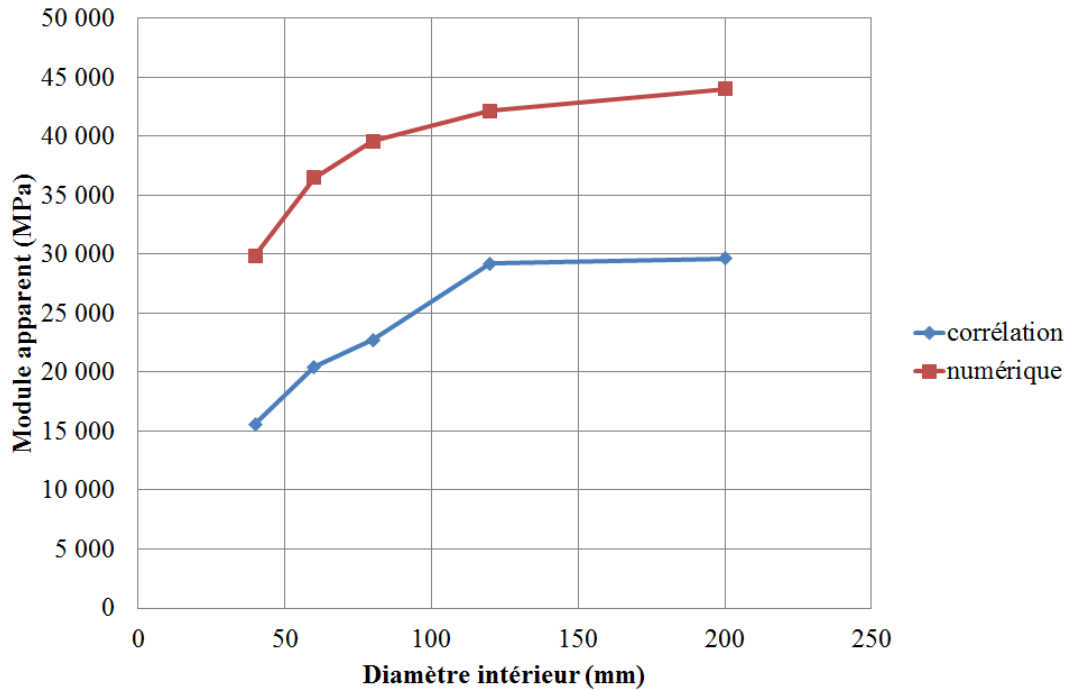


FIGURE 3.35 – Module apparent en fonction du diamètre intérieur

Afin de comprendre le fait que le module apparent soit dépendant du diamètre du tube, la mesure du taux massique de fibres et celle de l'angle d'enroulement des fibres par rapport à la verticale lors de la fabrication sont réalisées par le fabricant des tubes : *Plasticon Composites*. Le schéma de la figure 3.36 donne l'angle d'enroulement θ par rapport à la verticale. Le tableau 3.11 répertorie les résultats. L'angle d'enroulement est d'autant plus écarté de la verticale que le diamètre du tube est faible. Cet aspect corrobore avec la variation de module, mais ne l'explique pas entièrement. En effet, la variation d'angle maximale d'un diamètre à l'autre est très faible (1°) tandis que la variation de module passe du simple au double (de 15 à 30 GPa). En revanche, le taux massique de fibres ne montre pas la même dépendance au diamètre.

Finalement, ni le taux massique de fibres ni l'angle d'enroulement sont la raison de la variation de module apparent en fonction du diamètre du tube.

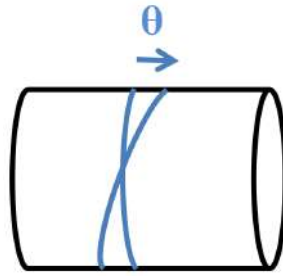


FIGURE 3.36 – Angle d’enroulement par rapport à la verticale

d_i (mm)	M_f (%)	θ (°)
40	78,6	1,34
60	74,9	0,93
80	78,5	0,71
120	78,6	0,48
200	79,5	0,3

TABLEAU 3.11 – Taux massique de fibres et angle d’enroulement en fonction du diamètre intérieur du tube

Variation de longueur

L’étude est ensuite conduite sur différentes longueurs de tubes afin de comprendre l’effet de la géométrie. La figure 3.37 présente le module apparent de tubes pour plusieurs diamètres et longueurs. Il s’agit de la pente des courbes de la figure 3.38. Pour les tubes de diamètre 120 mm avec des longueurs différentes, les courbes se superposent. Le module apparent est donc identique quelle que soit la longueur du tube. En revanche, pour les faibles diamètres (en dessous de 80 mm), plus la longueur est élevée et plus le module apparent est faible. Il faut noter ici que l’écrasement est déterminé par le capteur de la traverse.

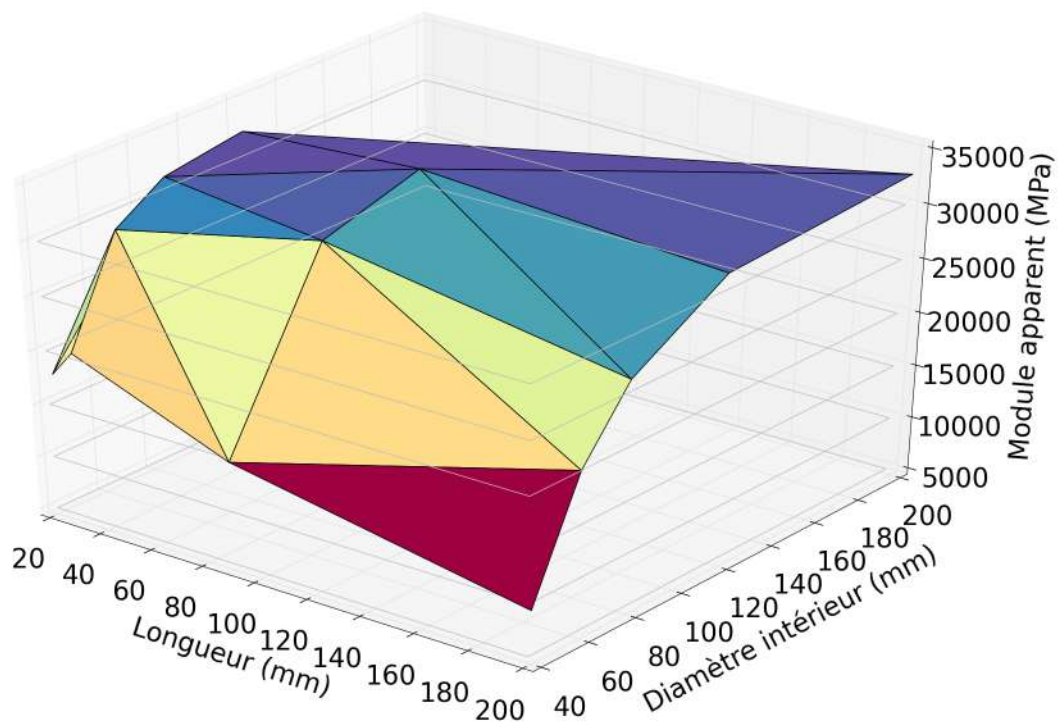


FIGURE 3.37 – Module apparent en fonction du diamètre et de la longueur du tube

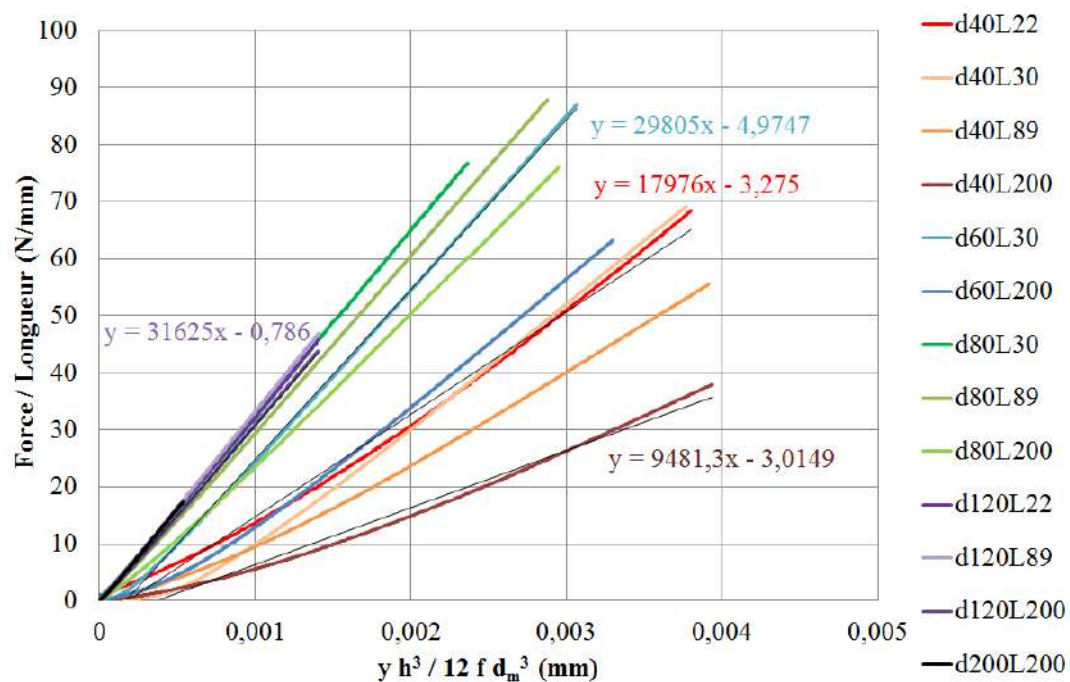


FIGURE 3.38 – Courbe dont la pente est le module apparent pour plusieurs diamètres et longueurs de tubes

Finalelement, la formule analytique du module apparent (équation 1.1), extraite de la Théorie de la stabilité élastique de Timoshenko [Timoshenko, 1966], ne permet pas d'identifier le module réel du matériau. En effet, cette formule est valable pour des barres minces courbes. Une structure est dite « mince » si l'équation 3.10 est respectée [Pilato, 2011].

$$\frac{r_{int}}{h} > 10 \quad (3.10)$$

où r_{int} est le rayon intérieur du tube et h son épaisseur.

Selon ce critère, les tubes en verre/époxy de diamètres intérieurs 120 mm et 200 mm sont considérées fins tandis que les autres sont considérés épais. Cela concorde avec le fait qu'au-delà du diamètre 120 mm, le module apparent est constant quelle que soit la longueur ou le diamètre. Cependant, le module longitudinal théorique du verre/époxy de 45 GPa n'est pas non plus retrouvé pour les grands diamètres.

Par ailleurs, les tubes réalisés par enroulement filamentaire présentent des contraintes internes de fabrication (*cf.* section 1.3). Cet aspect n'étant ni intégré dans la formulation analytique, ni dans le modèle numérique, la variation du module apparent peut en être la conséquence étant donné que l'étude est ici réalisé sur une structure tubulaire et non sur une éprouvette.

3.4.1.3 Estimation des contraintes internes de fabrication

Les contraintes internes de fabrication sont de ce fait estimées par le biais d'essai de découpes axiales. Cet essai consiste à faire des coupes axiales de l'anneau afin de relâcher et ainsi mesurer les contraintes internes de fabrication.

Au cours de l'expérience, des jauges mesurent les déformations résiduelles suivant la circonférence de l'anneau. Pour aboutir aux contraintes, la loi de Hooke est utilisée avec les propriétés élastiques du matériau. Cet essai est effectué sur deux tubes l'un de diamètre intérieur 40 mm et de longueur 30 mm (figure 3.39 a)) et l'autre de diamètre intérieur 120 mm et de longueur 30 mm (figure 3.39 b)). L'objectif est de comparer les résultats obtenus sur ces deux anneaux afin d'appréhender l'effet du diamètre sur la valeur des contraintes internes.

Les résultats sont donnés dans le tableau 3.12. Les contraintes sont déterminées de deux façons. La contrainte circonférentielle expérimentale σ_c^{exp} est obtenue à partir des expériences de compression radiale avec comme module circonférentiel le module apparent (figures 3.38 et 3.37). La contrainte circonférentielle théorique σ_c^{th} est déterminée avec le module circonférentiel théorique du verre/époxy, noté E_l dans le tableau 3.10.

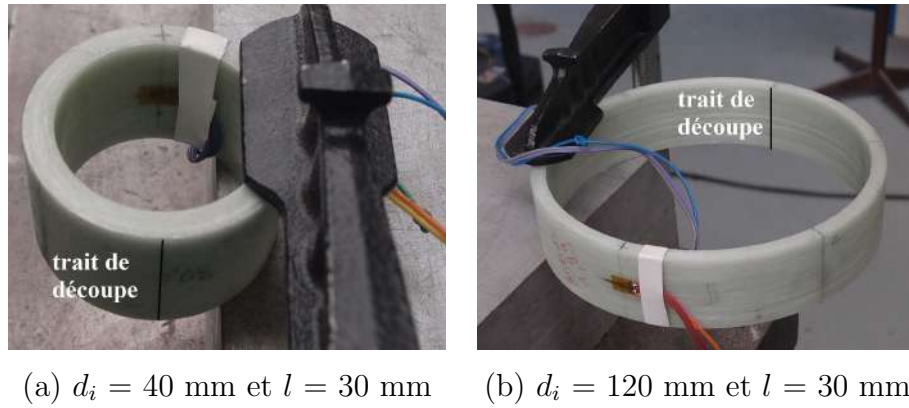


FIGURE 3.39 – Tubes pour les essais de découpes axiales

d_i (mm)	ϵ_c (μdef)	σ_c^{exp} (MPa)	σ_c^{th} (MPa)
40	900	18,4	40,5
120	400	13,2	18

TABEAU 3.12 – Déformations circonférentielles données par les jauges lors des essais de découpes axiales et contraintes circonférentielles expérimentales et théoriques

Avec de telles expériences, une estimation des contraintes internes est possible. Elle est en revanche dépendante du module du matériau. Cependant, quelle que soit la méthode d'estimation utilisée, les contraintes internes de fabrication sont plus élevées dès lors que le diamètre diminue.

3.4.1.4 Conclusion sur les essais préliminaires

En conclusion, le protocole expérimental est validé par des essais préliminaires sur un tube en aluminium. La détermination du module apparent *via* le modèle analytique est remise en cause lorsque le tube est « épais » et qu'il présente des contraintes internes de fabrication. Dans la suite de cette partie, l'anneau présente un rapport rayon intérieur sur épaisseur de 33, ce qui le caractérise comme une structure « mince ». L'effet des contraintes internes liées au procédé d'enroulement filamentaire est à considérer dans la détermination des propriétés mécaniques du matériau lorsque celles-ci sont obtenues *via* une structure, ce qui n'est pas le cas avec une éprouvette. Il faudra donc les intégrer dans les modèles numériques.

3.4.2 Essais de compression radiale : type B

Le but de cette étude est de déterminer les modules d'élasticité du composite étudié : modules d'Young, modules de cisaillement et coefficients de Poisson. Compte tenu de la forme courbe de la structure, les paramètres du matériau sont estimés par une méthode inverse utilisant une technique d'optimisation. La campagne d'essai de traction (paragraphe 3.3) nous a permis de déterminer le module axial de l'empilement, mais pas celui d'un pli unidirectionnel. Dans cette étude, l'intérêt est d'obtenir les modules d'élasticité du pli. Ils pourront ensuite être comparés au module de l'empilement obtenu précédemment et de façon directe.

L'originalité est ici d'impliquer la structure dans son ensemble et à l'échelle réelle de la pièce telle qu'elle est en conditions d'utilisation industrielles.

3.4.2.1 Structure d'essai

Le matériau utilisé est ici de type B. Les dimensions de l'anneau sont résumées dans le tableau 3.13 où d_i est le diamètre intérieur, l la largeur et h l'épaisseur. La figure 3.40 présente la structure d'essai.

d_i (mm)	l (mm)	h (mm)
1 500	300	$22,40 \pm 0,22$

TABLEAU 3.13 – Dimensions de l'anneau pour l'essai de compression radiale



FIGURE 3.40 – Anneau en composite : structure d'essai

3.4.2.2 Expérience

L'expérience consiste en une compression radiale de l'anneau, appliquée *via* des plateaux de compression diamétralement opposés (figure 3.41). L'anneau est fixé au plateau inférieur à l'aide de serre-joints. Le plateau supérieur est lui mobile. Une machine d'essai Zwick équipée d'un capteur d'effort de 10 kN est utilisée pour ces essais de compression.

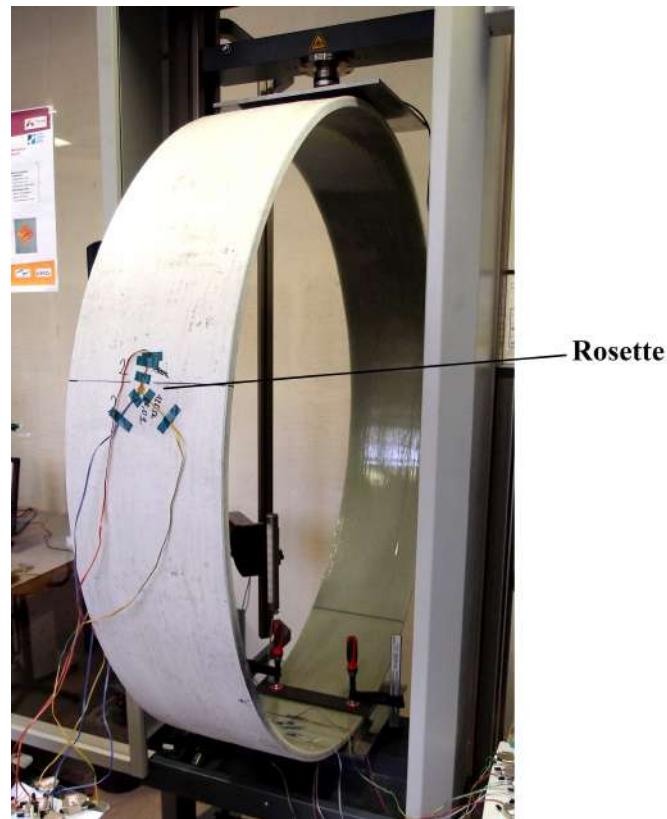


FIGURE 3.41 – Montage expérimental de compression radiale

Une instrumentation de mesures est utilisée pour enrichir l'expérience. 4 rosettes sont collées sur l'anneau afin de suivre les déformations locales durant l'essai. Une rosette comprend 3 jauges dont chacune forme un angle de 45° par rapport aux autres. Cela permet d'accéder aux directions principales quel que soit le positionnement angulaire des rosettes.

Les rosettes 1 et 3 sont collées sur la surface intérieure de l'anneau tandis que les rosettes 2 et 4 sont placées à l'extérieur. Afin d'obtenir davantage de données expérimentales, deux configurations d'essai sont adoptées (figure 3.42 a) et b)). Par ailleurs, un mouchetis est réalisé sur l'épaisseur de l'anneau pour suivre le champ de déplacements et calculer le champ de déformations par corrélation d'images. Le traitement des données est effectué par le logiciel *Correli*^{Q4} qui utilise le langage Matlab. L'anneau est également instrumenté avec deux comparateurs, qui sont placés à 90° par rapport à la direction de chargement (rectangles bleus sur la figure 3.42), afin de mesurer le déplacement horizontal de l'anneau. La figure 3.43 illustre l'instrumentation pour ces essais de compression.

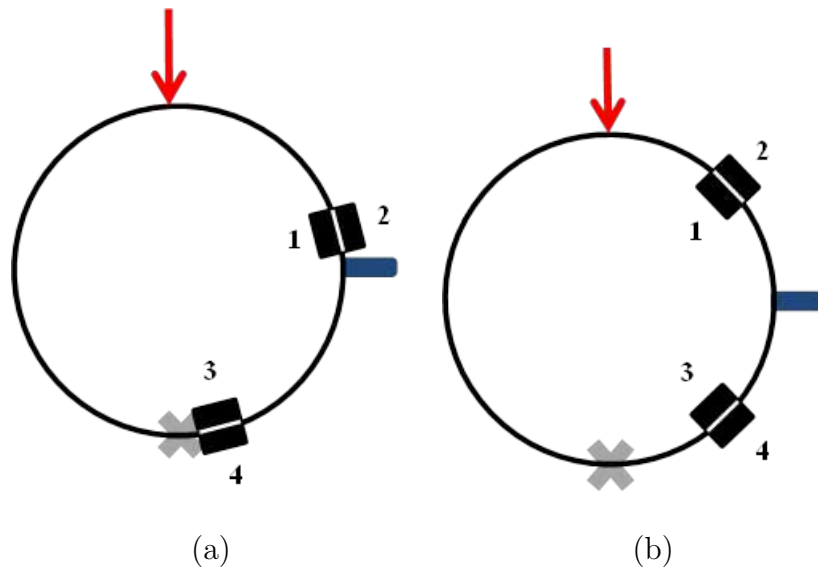


FIGURE 3.42 – Schéma du positionnement des rosettes et des comparateurs

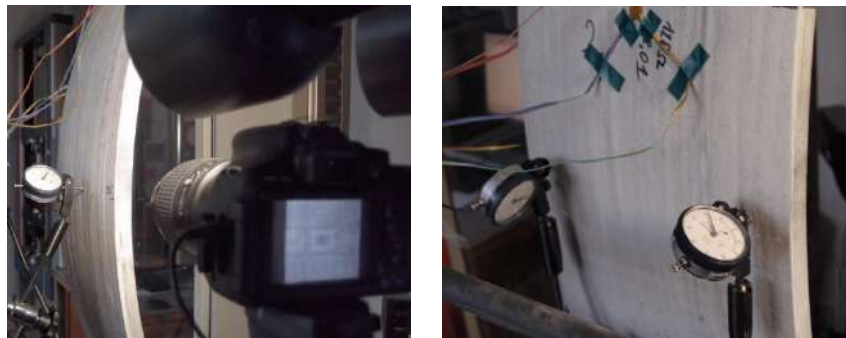


FIGURE 3.43 – Instrumentation de l'essai de compression : appareil photo et comparateurs

3.4.2.3 Modèle analytique

Le modèle analytique est présenté dans la partie bibliographique au paragraphe 1.4.1.

3.4.2.4 Approche inverse

Un problème inverse utilise les résultats pour obtenir les causes. Dans notre cas, les résultats proviennent des expériences et les causes sont les propriétés du matériau. Pour construire une approche inverse, non seulement un modèle numérique est nécessaire pour tester les diverses causes, mais aussi un processus d'optimisation pour sélectionner les meilleures et converger vers une solution.

Modèle numérique

Les simulations numériques par éléments finis sont menées avec Abaqus CAE. L'anneau est modélisé avec des éléments coques (S4R). Cela permet de minimiser le temps de calcul par rapport à un maillage avec des éléments solides. Afin de reproduire l'expérience,

une pression surfacique uniforme est appliquée au niveau de la partie supérieure de l'anneau. La surface de charge correspond à 1% de la surface totale extérieure. En outre, la ligne diamétralement opposée est encastree sauf le déplacement axial qui est laissé libre ($u_x = u_y = 0$, $u_z \neq 0$ et $ur_x = ur_y = ur_z = 0$). La figure 3.44 illustre les conditions aux limites numériques.

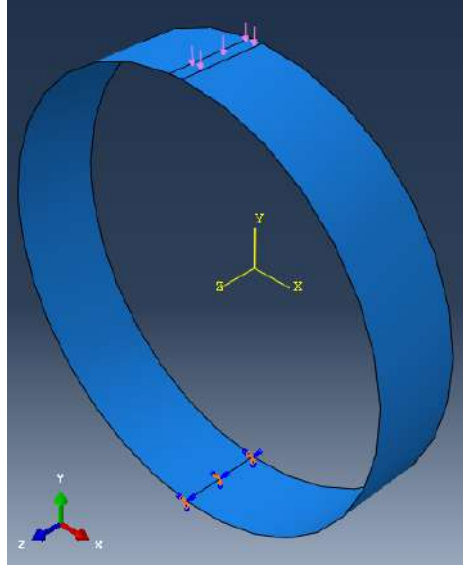


FIGURE 3.44 – Modèle numérique : conditions aux limites

Après une étude de convergence, la structure est maillée avec une taille de maille de 10 mm, ce qui conduit à avoir 30 éléments suivant la longueur et 478 selon la circonférence. Ce maillage permet de limiter le temps de calcul tout en donnant des résultats précis. En raffinant le maillage par deux, le temps de calcul augmente de 2,5 fois et la valeur de l'écrasement ne varie que de $1\mu m$, ce qui correspond à moins de 0,02% quant à l'écart relatif.

La séquence d'empilement est reproduite avec l'outil « Section Shell Composite ».

Optimisation par essaim de particules : PSO

L'optimisation par essaim de particules (*PSO* pour *Particle Swarm Optimization* en anglais) fait partie des méta-heuristiques. Cet algorithme s'inspire de la nature, et plus particulièrement de la migration des oiseaux et des bancs de poissons. Cette technique est retenue étant donné sa facilité de mise en œuvre et d'implémentation par l'existence d'une librairie Python. Par ailleurs, elle nécessite moins de paramètres que les algorithmes génétiques. Elle est utilisée récemment et dans des domaines variés [Zheng et Liao, 2016], [Serani *et al.*, 2016], [Bansod et Mohanty, 2016]. Elle inclut l'initialisation, le déplacement des particules et le critère d'arrêt.

Tout d'abord, elle permet d'initialiser le domaine à optimiser avec une taille d'essaim définie (100 par défaut). L'essaim comprend l'ensemble des particules auxquelles est associé à chacune un jeu de paramètres. La figure 3.45 présente un exemple de problème 2D avec 6 particules (ronds noirs) et 2 paramètres ($p1$ et $p2$). Les particules sont réparties aléatoirement ou non dans l'espace de recherche du problème. Les flèches représentent la vitesse des particules.

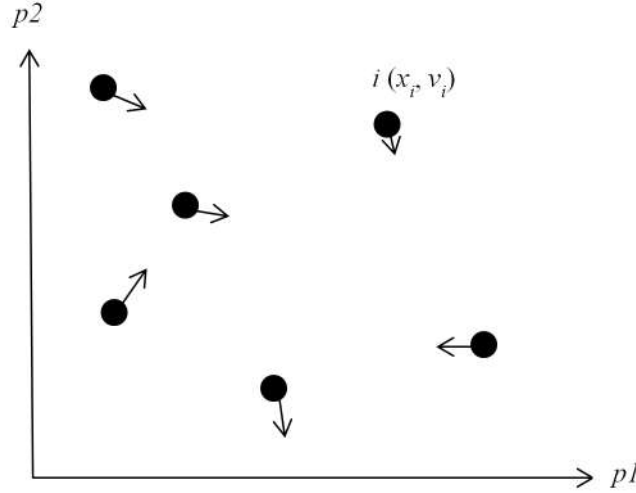


FIGURE 3.45 – Cas schématique en 2D avec 6 particules se déplaçant à différentes vitesses

Les particules se déplacent ensuite à une certaine vitesse, selon l'équation 3.11. Ce déplacement, qui dépend de la position et de la vitesse précédente de la particule ainsi que celles des autres particules va conduire à un nouveau jeu de paramètres.

$$v_i = \omega v_i + \phi_p r_p (p_i - x_i) + \phi_g r_g (g - x_i) \quad (3.11)$$

avec	v_i	vitesse de la particule i ;
	x_i	position de la particule i ;
	ω	facteur aléatoire ;
	p_i	meilleure position connue de la particule i ;
	g	meilleure position dans l'essaim ;
	ϕ_p et ϕ_g	paramètres de poids ;
	r_p et r_g	nombres aléatoires entre 0 et 1.

Les paramètres de poids ω , ϕ_p et ϕ_g sont des nombres constants à définir (valeurs par défaut 0,5). Après une étude de sensibilité de ces paramètres, le triplet $(\omega ; \phi_p ; \phi_g) = (0,4 ; 0,6 ; 0,6)$ est retenu. En effet, un gain de 20% est estimé par rapport aux valeurs par défaut.

3.4.2.5 Résultats

La détermination des propriétés élastiques est faite en deux temps. Tout d'abord, elles sont obtenues sans la prise en compte des contraintes internes de fabrication. Dans un second temps, après la mesure des déformations circonférentielles relâchées après un essai de découpe axiale, les contraintes internes sont intégrées dans le modèle numérique et les propriétés élastiques sont ainsi établies en les considérant. Cela permettra de confirmer leur importance et leur valeur.

Propriétés élastiques

La courbe de force en fonction de l'écrasement (figure 3.46) obtenue à partir d'un essai de compression radiale est linéaire. Par ailleurs, les déformations données par les rosettes reviennent à zéro à la fin du déchargement ce qui vaut comme preuve du comportement élastique du matériau. Des tests préliminaires ont confirmé que pour éviter l'endommagement au cours de l'essai, la déflexion maximale ne devait pas dépasser l'épaisseur de l'anneau. Le matériau est en effet utilisé pour d'autres expériences et doit donc rester sain. La valeur maximale de la flèche est prise égale à un tiers de l'épaisseur soit environ 7 mm. 6 essais sont réalisés sur le même anneau.

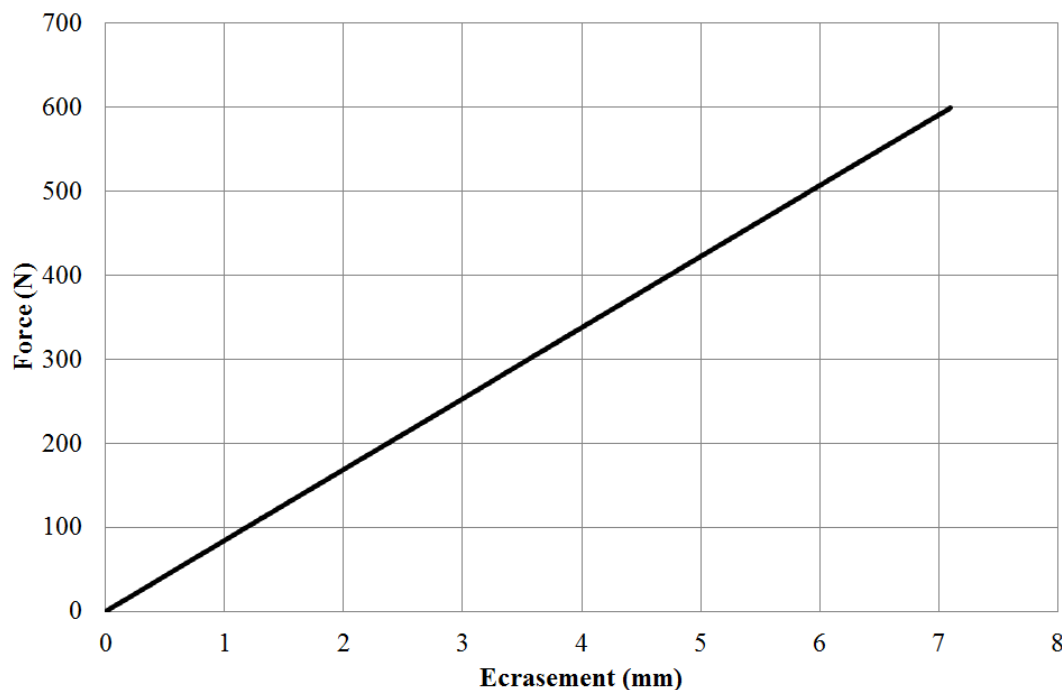


FIGURE 3.46 – Force en fonction de l'écrasement pour un essai de compression radiale

A ce stade, le modèle analytique permet de déterminer le module circonférentiel de l'empilement. L'équation 1.1 donne $E_c^{an} = 26\,576 \pm 138$ MPa. Cette valeur va être ensuite

comparée avec celle obtenue par méthode inverse.

La fonction « objectif » est quadratique telle que définie dans l'équation 3.12.

$$f = \sum_{i=1}^4 \left(1 - \frac{u_n^i}{u_e^i}\right)^2 + \sum_{i=1}^6 \left(1 - \frac{\epsilon_n^i}{\epsilon_e^i}\right)^2 \quad (3.12)$$

où u_n^i et u_e^i sont respectivement les déplacements numériques et expérimentaux, ϵ_n^i et ϵ_e^i sont les déformations numériques et expérimentales. La fonction objectif est calculée pour chaque particule.

L'objectif est de minimiser cette fonction. Les quantités sont adimensionnées sur les valeurs expérimentales pour permettre une comparaison. La fonction « objectif » inclut une somme de 10 termes : 4 déplacements (écrasement, 2 déplacements obtenus par corrélations d'images, déplacement moyen des comparateurs) et 6 déformations (déformations circonférentielles pour les différentes positions de rosettes).

Un jeu de paramètres typique contient 8 paramètres (6 caractérisant le pli unidirectionnel de la séquence d'empilement qui est supposé isotrope transverse et 2 pour la couche de mat qui est supposée isotrope) :

- E_1 et E_2 : modules d'Young ;
- ν_{12} : coefficient de Poisson ;
- G_{12} , G_{13} et G_{23} : modules de cisaillement ;
- E_{mat} et ν_{mat} .

L'orientation 1 correspond à la direction circonférentielle. La direction 2 est axiale et la direction 3 radiale (figure 3.47).

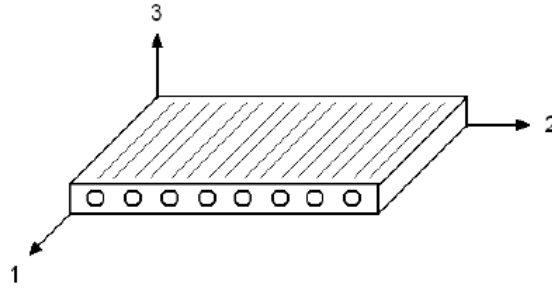


FIGURE 3.47 – Pli unidirectionnel

Au cours de la procédure d'optimisation, les valeurs de chaque paramètre sont prises dans des intervalles physiquement acceptables pour limiter l'espace de recherche des solutions. Il s'agit donc d'une optimisation sous contraintes.

Le tableau 3.14 présente une moyenne de 10 jeux de paramètres solution de l'optimisation réalisée. Chaque optimisation a suivi le principe énoncé sur la figure 1.12. La procédure et le code source sont présentés en annexe B.

E_1 (MPa)	E_2 (MPa)	ν_{12}	G_{12} (MPa)	G_{13} (MPa)	G_{23} (MPa)	E_{mat} (MPa)	ν_{mat}
40 690	8 310	0,34	2 507	2 280	2 450	16 011	0,34
± 389	± 615	$\pm 0,02$	± 201	± 195	± 274	± 268	$\pm 0,03$

TABLEAU 3.14 – Jeu solution moyen de paramètres à la fin du processus d’optimisation : sans prise en compte des contraintes internes

L’aspect aléatoire de la méthode implique que la solution n’est pas figée et la présence d’écart-types. Pour un matériau isotrope transverse, G_{12} et G_{13} doivent être plus proches que G_{12} et G_{23} . Cependant, la différence correspond à l’ordre de grandeur de l’écart relatif. Cette particularité n’est plus pertinente plus tard dans la section.

Afin d’estimer les modules circonférentiel E_c et axial E_a , les coefficients de Poisson ν_{ca} et ν_{ac} et le module de cisaillement G_{ac} de l’ensemble de l’empilement, la théorie des stratifiés pour un matériau non-symétrique est appliquée (équation 3.13). Sans symétrie miroir, la matrice B n’est plus nulle et donc les termes de traction et de flexion sont couplés. La stratification est connue mais elle reste confidentielle.

$$\begin{pmatrix} N \\ M \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ B & C \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon \\ w \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

En utilisant un outil numérique où la théorie des stratifiés est codée avec le langage Scilab, les propriétés générales du matériau sont déterminées :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_c^{inv} = 28\,183 \text{ MPa} \\ E_a^{inv} = 18\,981 \text{ MPa} \\ \nu_{ca}^{inv} = 0,17 \\ \nu_{ac}^{inv} = 0,12 \\ G_{ac}^{inv} = 2\,612 \text{ MPa} \end{array} \right. \quad (3.14)$$

Finalement, entre le modèle analytique (E_c^{an}) et l’approche inverse, l’erreur relative sur le module circonférentiel est de 6%. Avec cette comparaison, les deux techniques se corroborent. Les exposants ‘*inv*’ et ‘*an*’ signifient respectivement inverse et analytique pour qualifier les deux approches.

Le module axial E_a et le coefficient de Poisson ν_{ca} peuvent être comparés aux propriétés déterminées par les essais de traction (*cf.* tableau 3.7). L’écart sur le module axial vaut 3% et les coefficients de Poisson sont identiques.

Ces différents résultats laissent présager que la procédure d’optimisation permet de déterminer les propriétés du matériau conformes à celles attendues. Cependant, elle donne accès aux propriétés du pli unidirectionnel, ce qui est plus intéressant que les propriétés de l’empilement seules, afin de modéliser le matériau si la stratification est modifiée. En

revanche, cette procédure d'optimisation ne tient pas compte des contraintes internes de fabrication présentes dans l'anneau. Dans la suite de cette section, il s'agit de déterminer ces contraintes et de les intégrer dans le modèle numérique.

Contraintes internes de fabrication

Les contraintes internes de fabrication sont estimées par des essais de découpes axiales identiques à ceux du paragraphe 3.4.1.3.

L'anneau est fixé à la table avec des serre-joints le long d'une génératrice, diamétralement opposée à la rosette $r1$, afin d'empêcher un mouvement latéral pendant l'essai. Par ailleurs, l'anneau est positionné sur des cylindres en bois, permettant ainsi un libre mouvement circonférentiel de l'anneau.

L'expérience consiste en des découpes axiales progressives de l'anneau. En effet, dès la première découpe, l'anneau se referme sur lui-même à cause des contraintes internes de fabrication. C'est pourquoi, il est décidé de couper l'anneau petit à petit (tous les 20 mm suivant la circonférence), afin d'extraire des petites sections jusqu'à ce que l'anneau ne se referme plus. Cinq découpes sont nécessaires. Finalement, l'expérience montre que 68,4 mm de matière sont à retirer pour que l'anneau ait complètement relâché ses contraintes internes. L'état final de l'anneau est exposé sur la figure 3.48.



FIGURE 3.48 – Structure d'essai après découpes axiales

La figure 3.49 présente les déformations obtenues par les rosettes en fonction du temps. Par exemple, la courbe $r4_90$ donne la déformation circonférentielle mesurée par la jauge circonférentielle de la rosette $r4$. Sur cette courbe, chaque plateau, repéré par un trait noir horizontal, correspond à une découpe axiale. Les oscillations sont dues à la liberté de mouvement laissée à l'anneau. Une symétrie selon l'axe des ordonnées est visible en raison de l'état de traction/compression de la structure. En effet, pendant les découpes, l'anneau se referme sur lui-même jusqu'à atteindre un état de stabilité. Cet état final de

refermeture coïncide avec le relâchement des contraintes internes de fabrication dans la structure.

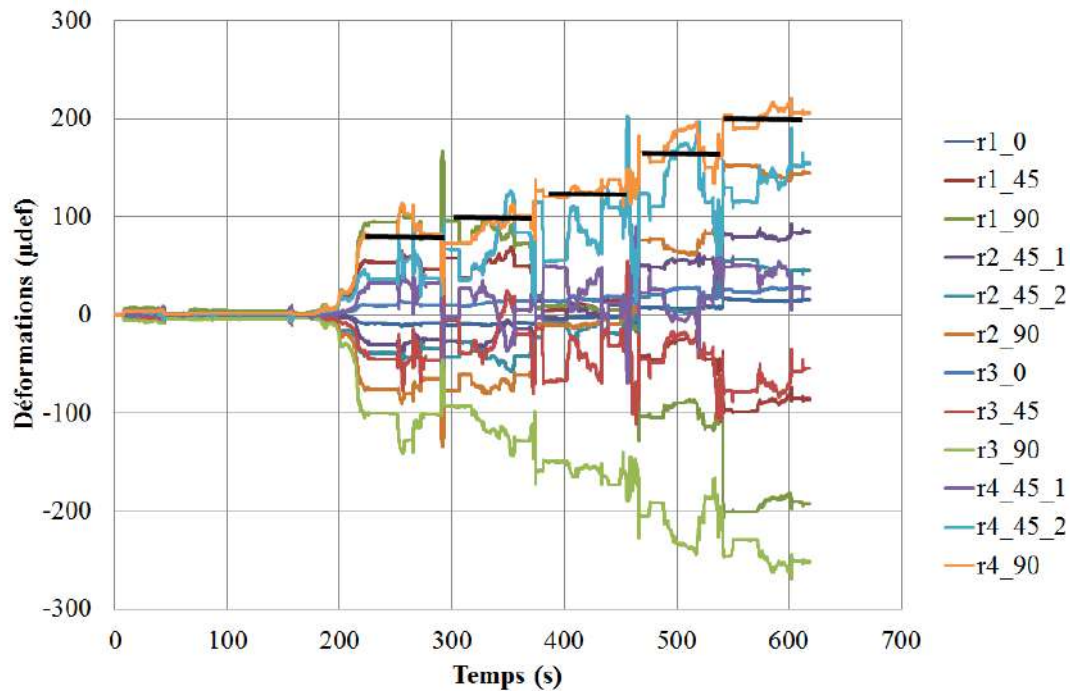


FIGURE 3.49 – Déformations données par les rosettes en fonction du temps

Les valeurs finales données par les jauges collées dans la direction circonférentielle sont résumées dans le tableau 3.15. Seules les mesures circonférentielles sont données puisque ce sont les plus significatives. Les jauges collées dans la direction axiale (r_{i_0}) mesurent de faibles déformations puisque ce sont les fibres orientées circonférentiellement qui sont relâchées lors des découpes. Les valeurs des jauges r_{1_0} et r_{3_0} sont respectivement 15 et 27 μdef à l'état final (1 000 μdef = 0,1 %).

Numéro de jauge	r_{1_90}	r_{2_90}	r_{3_90}	r_{4_90}
ϵ (μdef)	-170	131	-252	207

TABLEAU 3.15 – Déformations circonférentielles à l'état final

Ces données permettent ainsi d'estimer les contraintes internes dues au procédé de fabrication. En considérant que 250 μdef se sont relâchées élastiquement et que le module circonférentiel vaut 28,2 GPa (E_c^{inv}), la contrainte circonférentielle de compression de 7 MPa est déduite par la loi de Hooke.

Propriétés élastiques et contraintes internes de fabrication

Dans les paragraphes précédents, les propriétés élastiques et les contraintes internes de fabrication sont découplées. L'objectif est ici d'associer ces éléments pour voir leur corrélation. Une autre optimisation est ainsi menée avec le même modèle numérique décrit précédemment, mais cette fois en intégrant les contraintes internes dans la simulation. Ces contraintes sont modélisées numériquement par le biais d'une pression interne (figure 3.50). Afin de déterminer la valeur à appliquer, la première loi de Newton est utilisée. Elle satisfait l'équilibre du tronçon isolé sur la figure 3.51. Elle dit que la résultante des forces appliquées à un objet au repos est nulle. La somme de la force associée aux contraintes internes F_σ et la force équivalente à la pression interne F_p , appliquée au demi-cylindre est donc nulle. Ces deux forces sont exprimées dans les équations 3.15 et 3.16.

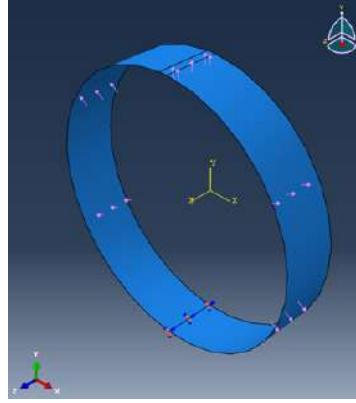


FIGURE 3.50 – Modélisation de la pression interne

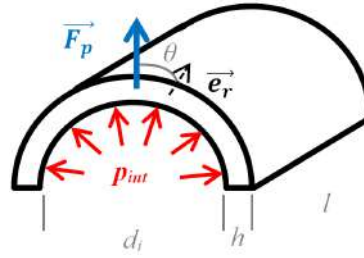


FIGURE 3.51 – Schéma pour l'application de la première loi de Newton

$$F_p = p_{int} d_i l \quad (3.15)$$

$$F_\sigma = 2\sigma h l \quad (3.16)$$

où σ est la contrainte interne de fabrication. Selon la première loi de Newton, la valeur de la pression interne p_{int} est gouvernée par la relation 3.17, aussi appelée formule des

chaudronniers.

$$p_{int} = \frac{2\sigma h}{d_i} \quad (3.17)$$

La valeur de la contrainte interne de fabrication n'est pas considérée comme un paramètre d'optimisation mais plutôt comme une variable calculée à chaque itération, puisqu'elle dépend des propriétés du matériau. La procédure suivie à chaque itération est schématisée sur la figure 3.52. Les résultats du processus d'optimisation sont résumés dans le tableau 3.16. Il apparaît également la valeur de la contrainte interne de fabrication σ .

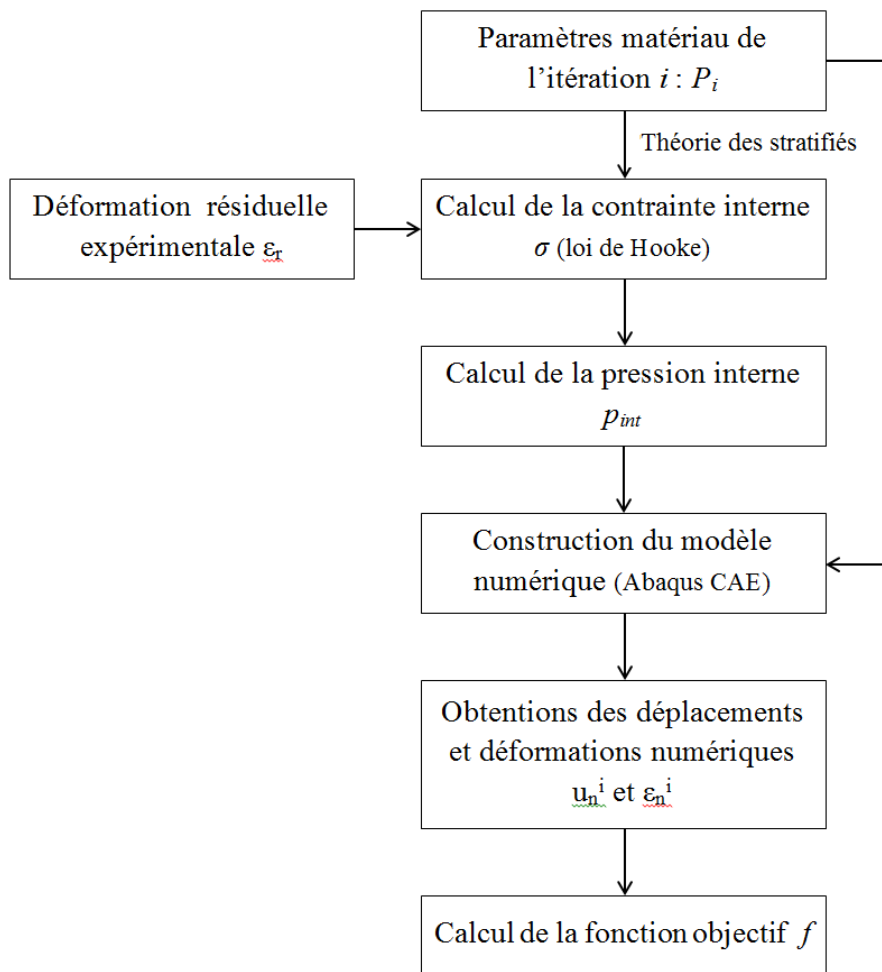


FIGURE 3.52 – Organigramme des actions réalisées à chaque itération

E_1 (MPa)	E_2 (MPa)	ν_{12}	G_{12} (MPa)	G_{13} (MPa)	G_{23} (MPa)	E_{mat} (MPa)	ν_{mat}	σ (MPa)
37 080 ± 578	8 196 ± 227	0,34 $\pm 0,01$	2 477 ± 138	2 444 ± 90	2 492 ± 95	18 339 ± 848	0,27 $\pm 0,02$	6,6 $\pm 0,1$

TABLEAU 3.16 – Jeu solution moyen de paramètres à la fin du processus d’optimisation : avec prise en compte des contraintes internes

Tel que précédemment, les modules circonférentiel et axial ainsi que les coefficients de Poisson et le module de cisaillement de l’ensemble de l’empilement du composite sont estimées avec l’outil numérique programmé en Scilab :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_c^r = 26\,428 \text{ MPa} \\ E_a^r = 18\,077 \text{ MPa} \\ \nu_{ca}^r = 0,17 \\ \nu_{ac}^r = 0,12 \\ G_{ac}^r = 2\,850 \text{ MPa} \end{array} \right. \quad (3.18)$$

où l’exposant ‘ r ’ signifie contraintes résiduelles de fabrication.

Les différences relatives sur l’identification des modules entre l’optimisation avec et sans prise en compte des contraintes internes (*cf.* relations 3.18 et 3.14) valent entre 5 et 9 %. Les coefficients de Poisson sont identiques d’une méthode à l’autre. La valeur de la contrainte résiduelle de fabrication σ est plus faible que dans le paragraphe précédent. La différence relative vaut 6%. En effet, elle dépend entièrement de la valeur du module circonférentiel et a donc le même écart relatif. Les modules de cisaillement G_{12} et G_{13} sont ici plus proches que dans le tableau 3.14 comme il est attendu pour un matériau considéré isotrope transverse. Les trois modules de cisaillement restent du même ordre de grandeur étant donné les écarts-types. Finalement, l’ajout de contraintes internes dans le modèle numérique, a un faible impact sur le jeu de paramètres obtenu.

Il faut noter que les propriétés de l’empilement ci-dessus présentent un écart entre 1 et 2 % par rapport aux propriétés issues des essais de traction (*cf.* tableau 3.7) et du modèle de Timoshenko (E_c^{an}). Les valeurs ont un écart plus faible par rapport aux données obtenues dans la relation 3.14.

Par ailleurs, les données élastiques du pli unidirectionnel obtenues dans le tableau 3.16 corroborent avec celles utilisées par les partenaires industriels du projet listées dans le tableau 3.17. Un écart relatif entre 1 et 14% est mesurable sur les propriétés. En outre, les propriétés du mat obtenues par optimisation s’accordent avec celles classiquement utilisées ($E = 18\,000 \text{ MPa}$ et $\nu = 0,3$) [Gay, 2005].

E_1 (MPa)	E_2 (MPa)	ν_{12}	G_{12} (MPa)	G_{13} (MPa)	G_{23} (MPa)
34 240	8 152	0,303	2 413	2 413	2 883

TABLEAU 3.17 – Propriétés élastiques du pli unidirectionnel verre/polyester pour un taux massique de fibre de 65%

Cette dernière optimisation représente davantage la structure réelle que précédemment dans cette section. Les propriétés du matériau sont donc plus appropriées qualitativement. En revanche, l'application d'une pression interne dans le modèle numérique ne permet pas de reproduire le champ de contraintes internes réellement présent dans la structure en composite. En effet, dans l'épaisseur, le gradient est différent. La structure réelle présente un champ de traction au niveau de la surface intérieure, et un champ de compression sur la surface extérieure (*cf.* tableau 3.15). Le modèle numérique génère quant à lui un champ de traction, qui est plus intense sur la surface extérieure que sur la surface intérieure et dont la moyenne vaut σ .

3.4.2.6 Etudes complémentaires

Les optimisations sont également conduites avec un matériau supposé orthotrope pour le pli unidirectionnel. Trois paramètres sont donc ajoutées au jeu précédent : E_3 , ν_{13} et ν_{23} . Les résultats sont présentés dans le tableau 3.18. En comparaison avec les valeurs du tableau 3.16, l'écart relatif ne dépasse pas 5%. Ce qui permet de confirmer l'utilisation d'un matériau isotrope transverse. Seuls les coefficients de Poisson montrent un écart plus important. Un enrichissement de la fonction objectif avec davantage de données expérimentales pourrait permettre une estimation plus précise des coefficients de Poisson.

E_1 (MPa)	E_2 (MPa)	E_3 (MPa)	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}	G_{12} (MPa)	G_{13} (MPa)	G_{23} (MPa)	E_{mat} (MPa)	ν_{mat}
37 287 ± 570	8 237 ± 121	7 961 ± 271	0,35 $\pm 0,02$	0,30 $\pm 0,02$	0,30 $\pm 0,02$	2 542 ± 140	2 480 ± 139	2 488 ± 152	18 002 ± 818	0,26 $\pm 0,02$

TABLEAU 3.18 – Jeu solution moyen de paramètres matériau orthotrope à la fin du processus d'optimisation : avec prise en compte des contraintes internes

3.4.3 Conclusion sur la compression radiale

Les essais de compression radiale sont peu courants dans la littérature. Généralement, le matériau est découpé puis testé ou alors des plaques planes sont fabriquées pour éviter les problèmes générés par la courbure des pièces.

L'étude présentée ici a permis de mettre au point un protocole expérimental sur une machine d'essai de compression classique, de comprendre que les contraintes internes générées par le processus de fabrication sont à considérer dans les modèles, et de construire un outil d'optimisation pour l'identification des propriétés élastiques du pli unidirectionnel. L'utilisation d'une pression interne dans le modèle numérique est en revanche critiquable puisque le champ de contraintes obtenu ne permet pas de simuler celui de la structure réelle. Cependant, les faibles écarts relatifs (maximum de 9%) permettent de montrer un impact limité dans le modèle numérique.

La présence de contraintes internes de fabrication ne modifie pas les valeurs des propriétés élastiques du matériau, mais il faut les considérer lorsqu'il s'agit d'une structure, qui ne se comporte pas comme une éprouvette. Les contraintes internes ont en revanche un effet dès lors que le matériau est endommagé.

Les propriétés élastiques de l'empilement identifiées par les essais de traction et ceux de compression associés à la méthode d'optimisation, montrent une corrélation. L'optimisation par méthode inverse permet d'accéder aux propriétés dans chaque direction tandis que les essais de traction se limitent à une seule direction. La méthode inverse complète donc l'éventail expérimental disponible lorsque celui-ci n'est pas suffisant pour déterminer les propriétés mécaniques.

3.5 Cisaillement

L'objectif des essais de cisaillement est de mesurer la contrainte de cisaillement maximale du matériau verre/vinylester. Ces essais servent plus particulièrement de point de repère pour les essais de fatigue qui seront abordés dans le chapitre suivant au paragraphe 4.1. Ils sont conduits sur des éprouvettes des matériaux de type A et de type B.

3.5.1 Essais de cisaillement : type A

Afin de caractériser le matériau en cisaillement, le choix se porte sur l'essai en flexion sur appuis rapprochés (*cf.* section bibliographique 1.5.2.2). Cet essai ne permet pas d'accéder au module de cisaillement mais seulement à sa résistance en cisaillement. La machine utilisée est la machine de fatigue Instron 8850 (paragraphe 2.3.4). Le dispositif de flexion trois points rapprochés est composé d'une partie supérieure, appelée « mandrin fixe » qui maintient un appui appelé « plot fixe » de rayon 5 mm et d'une partie inférieure, appelée « mandrin mobile » sur laquelle les deux appuis mobiles de rayon 2,5 mm supportent l'éprouvette (figure 3.53), l'effort étant transmis par le mandrin inférieur de la machine.

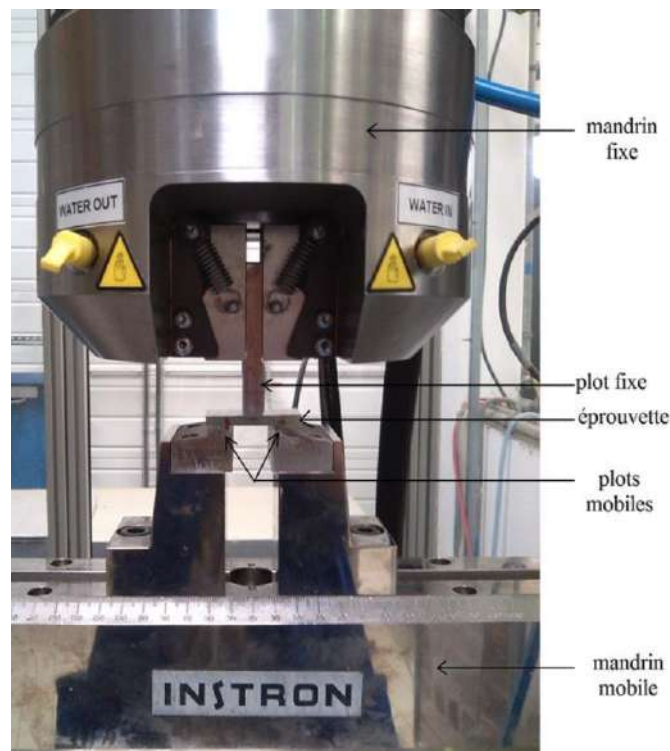


FIGURE 3.53 – Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ISO 14130

Ces essais sont menés sur des éprouvettes de type A suivant la norme ISO 14130 [NF EN ISO 14130, 1998]. Les dimensions sont données dans le tableau 3.19 avec b la largeur, h l'épaisseur, L la longueur de l'éprouvette et L' la distance entre appuis.

b (mm)	h (mm)	L (mm)	L' (mm)
$22,8 \pm 0,4$	$4,7 \pm 0,2$	$45,4 \pm 0,5$	22,5

TABLEAU 3.19 – Dimensions des éprouvettes de type A pour les essais de cisaillement suivant la norme ISO 14130

La norme ISO 14130 est prévue pour des éprouvettes planes, ce qui n'est pas notre cas. En revanche, étant donné la faible courbure des éprouvettes ($1,3m^{-1}$), les essais sont réalisés en négligeant cet aspect.

L'objectif de cette campagne d'essais est de valider le protocole expérimental de la norme ISO 14130, en vérifiant la fiabilité des dimensions et du rapport L'/h afin d'obtenir une rupture en cisaillement prépondérante. L'effet du sens de la courbure sur la tenue mécanique sont étudiés.

Une campagne d'essais est menée sur 5 éprouvettes pour chaque sens de courbure tels qu'ils sont présentés sur la figure 3.54. La vitesse de déplacement est imposée à 1 mm/min. Pour le calcul de la contrainte de cisaillement τ , la relation 1.4 est utilisée. Les courbes de la contrainte de cisaillement en fonction du déplacement sont tracées pour les deux sens de courbure (figure 3.55). Il s'agit des courbes d'une éprouvette représentative du comportement général.

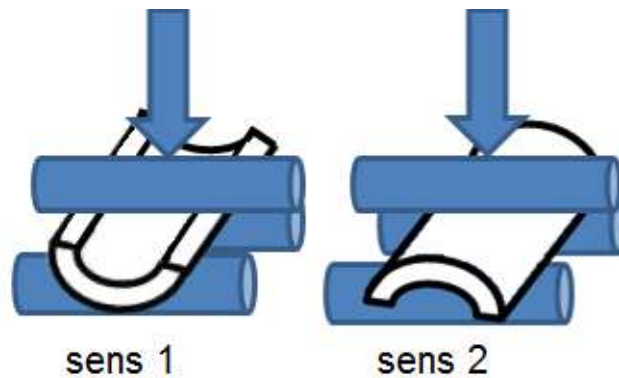


FIGURE 3.54 – Schématisation des sens de courbure

Les courbes d'essais permettent de conclure que le sens 2 est plus critique que le sens 1. Pour ce qui est des contraintes de cisaillement maximales, le sens 1 donne en moyenne $32,8 \pm 1,5$ MPa, tandis que le sens 2 donne $29,0 \pm 2,6$ MPa. Cet écart est dû à la non symétrie de l'empilement et à la courbure. Dans la suite, seul le sens 2 est étudié puisqu'il est le plus pénalisant.

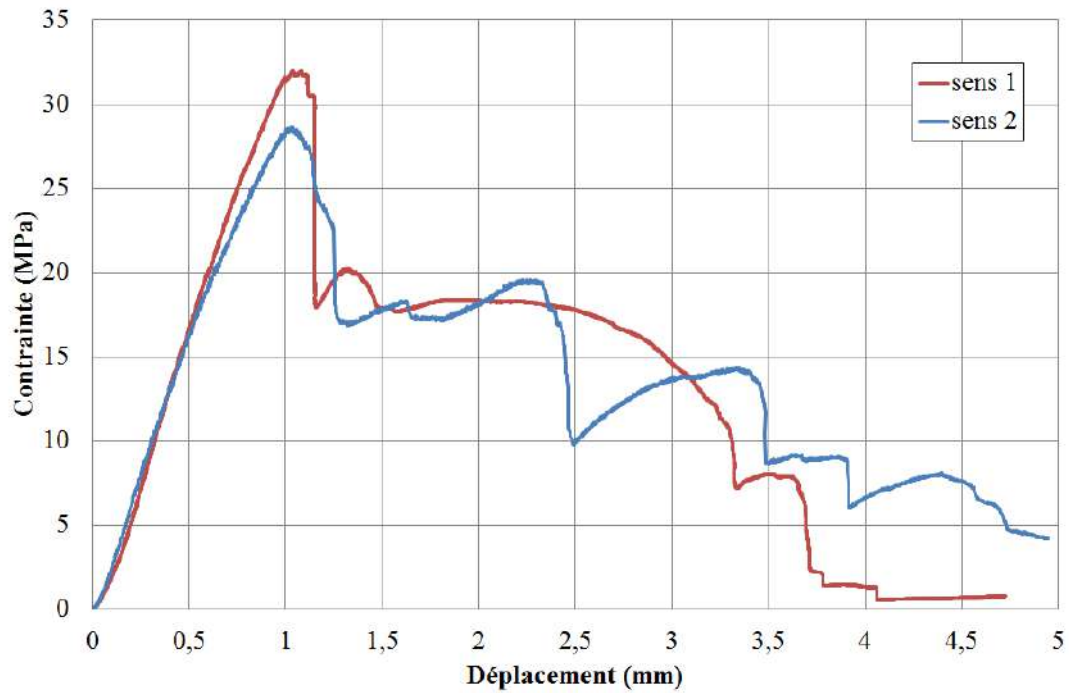


FIGURE 3.55 – Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour les deux sens de courbure

Les modes d'endommagement sont variés et irréguliers, dus à la nature non homogène des matériaux composites. Le cisaillement interlaminaire apparaît à la fin de l'essai, après l'apparition des premières fissures transversales sur la face tendue de l'éprouvette. La figure 3.56 présente la contrainte de cisaillement et l'amplitude des événements d'émission acoustique en fonction du temps. Tous les modes d'endommagement sont captés. La décohésion, dont les amplitudes des événements sont comprises entre 70 et 85 dB, est le mode le plus fréquemment rencontré.

La figure 3.57 présente une observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB) de la face tendue d'une éprouvette après un essai statique. La rupture est mixte par la présence d'une décohésion transversale entre les fibres et la matrice, et d'un délaminage entre les plis du stratifié. Ce type de rupture apparaît quel que soit le sens de la courbure considéré. Cette observation remet en question le rapport L'/h préconisé par la norme ISO 14130. C'est pourquoi, une étude est également conduite avec la norme ASTM D2344 [ASTM D2344, 2000].

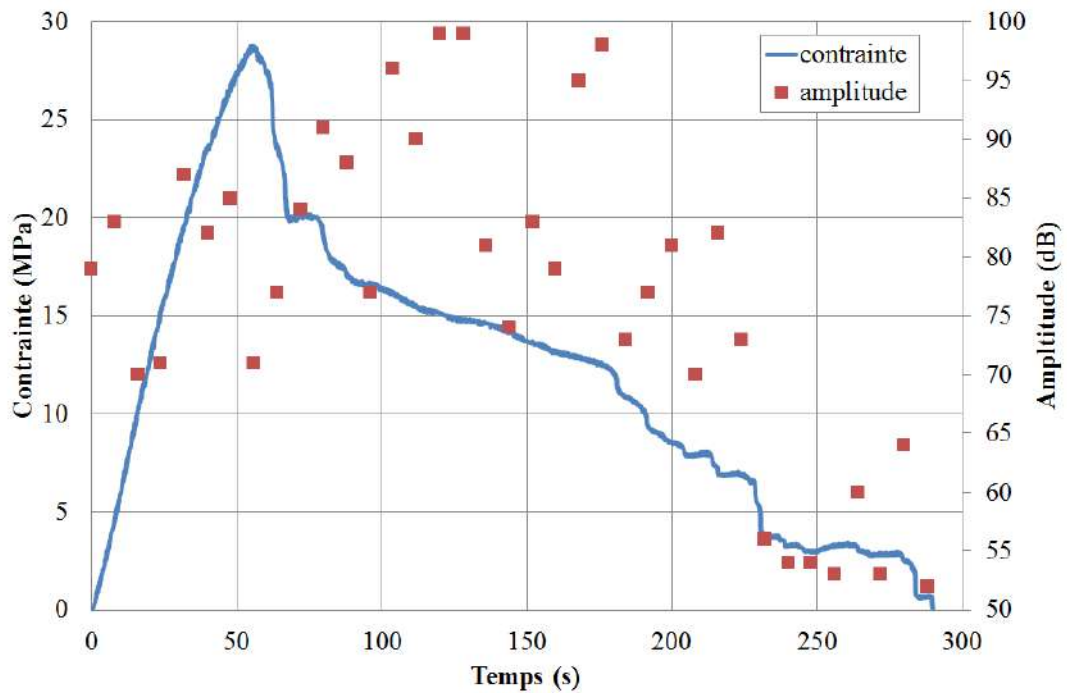


FIGURE 3.56 – Contrainte et amplitude en fonction du temps pour une éprouvette de type A



FIGURE 3.57 – Image MEB d'une éprouvette rompue en essai statique : face tendue (échelle en vert 1 mm)

Essais avec la norme ASTM D2344

Les dimensions des éprouvettes sont résumées dans le tableau 3.20. Le dispositif expérimental est différent puisque les rayons d'appuis varient (*cf.* section bibliographique 1.5.2.2). Par ailleurs, un capteur de force de 10 kN est installé en parallèle de celui de 100 kN afin d'avoir une meilleure estimation de la force étant donné les faibles efforts

appliqués. La figure 3.58 présente le montage utilisé avec la norme ASTM D2344.

b (mm)	h (mm)	L (mm)	L' (mm)
$9,0 \pm 0,3$	$4,7 \pm 0,2$	27	18

TABLEAU 3.20 – Dimensions des éprouvettes de type A pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344



FIGURE 3.58 – Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344 : éprouvette de type A

La courbe de la figure 3.59 correspond à la contrainte de cisaillement τ en fonction du déplacement pour un essai type. La contrainte de cisaillement maximale vaut $37,3 \pm 4,1$ MPa. Il s'agit de la moyenne sur 3 essais. Elle est plus élevée que dans le cas de la norme ISO 14130. Cela équivaut à 29% quant à l'écart relatif. L'effet d'échelle ainsi que celui de la courbure semblent les plus influents. En effet, les éprouvettes étant moins larges, les points d'appuis entre l'éprouvette et les plots se rapprochent d'un contact linéaire et l'ensemble montre donc une plus grande rigidité. Par ailleurs, l'éprouvette ayant un volume plus faible, les défauts sont donc proportionnellement moins nombreux et la probabilité de rupture est donc diminuée.

Sur la courbe d'essai, une reprise de l'effort est observée après 0,8 mm de déplacement, phénomène non visible sur la courbe suivant la norme ISO (*cf.* figure 3.55). Cependant,

aucun lien avec l'endommagement n'a pu être décelé. L'utilisation d'une caméra pour suivre l'éprouvette en temps réel au cours d'essai aurait pu permettre de comprendre les phénomènes d'endommagement. L'utilisation de capteurs d'émission acoustique n'était pas possible étant donné les faibles dimensions de l'éprouvette.

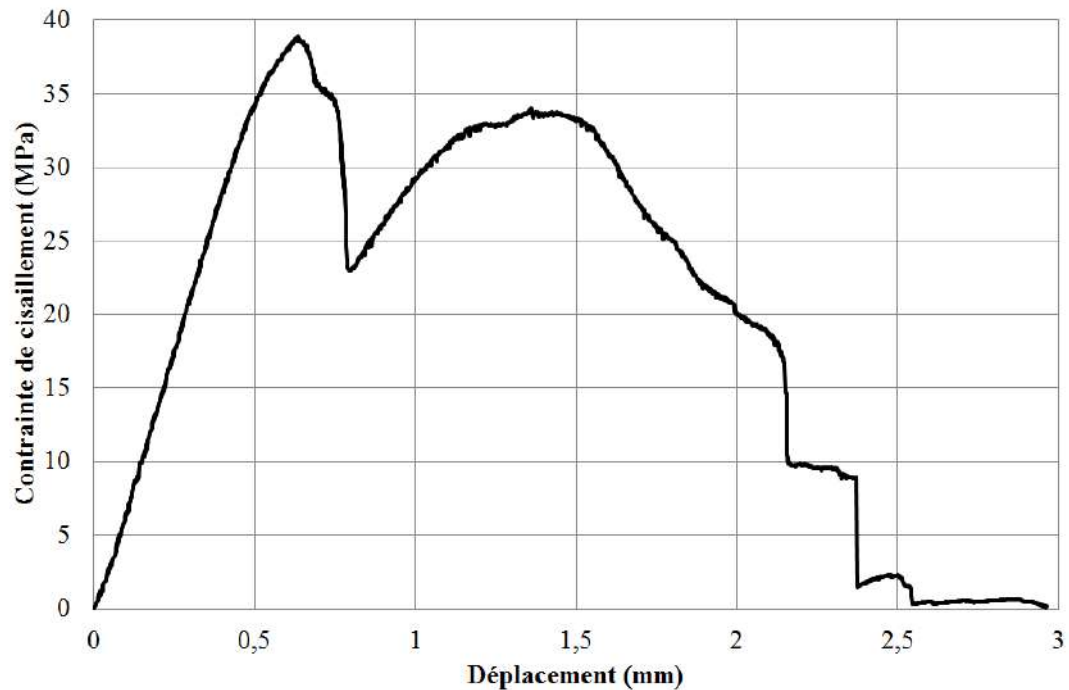


FIGURE 3.59 – Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour essai sur une éprouvette de type A suivant la norme ASTM D2344

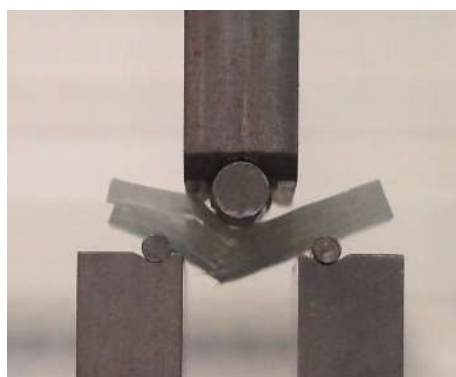


FIGURE 3.60 – Rupture d'une éprouvette de type A après un essai de cisaillement selon la norme ASTM D2344

3.5.2 Essais de cisaillement : type B

Les essais de cisaillement sont maintenant conduits sur les éprouvettes de type B avec les dimensions préconisées par la norme ASTM D2344 [ASTM D2344, 2000] (tableau 3.21). En effet, avec les dimensions proposées par la norme ISO 14130, l'effort nécessaire à la rupture de l'éprouvette serait proche voire au-delà de 100 kN. La figure 3.61 présente le montage d'essai. Les essais sont identiques à ceux réalisés pour les éprouvettes de type A.

b (mm)	h (mm)	L (mm)	L' (mm)
$39,9 \pm 0,1$	$21,7 \pm 0,6$	$119,8 \pm 0,1$	80

TABLEAU 3.21 – Dimensions des éprouvettes de type B pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344



FIGURE 3.61 – Montage pour les essais de cisaillement suivant la norme ASTM D2344 : éprouvette de type B

La figure 3.62 montre la rupture finale d'une éprouvette ayant subi un essai statique de cisaillement. Les types d'endommagement visibles à l'échelle macroscopique sont identiques à ceux des éprouvettes de type A : décohésion et délaminage. Une courbe typique d'essai est tracée sur la figure 3.63. La première chute brutale de contrainte est due aux endommagements sur la face tendue de l'éprouvette (figure 3.64). Les deux autres chutes sont la conséquence de délaminages débouchants.

La contrainte de cisaillement maximale vaut $34,0 \pm 2,5$ MPa, ce qui équivaut à un écart relatif de 10% par rapport aux éprouvettes de type A avec la même norme. Il s'agit ici de la moyenne sur 2 essais.



FIGURE 3.62 – Rupture d'une éprouvette de type B après un essai de cisaillement

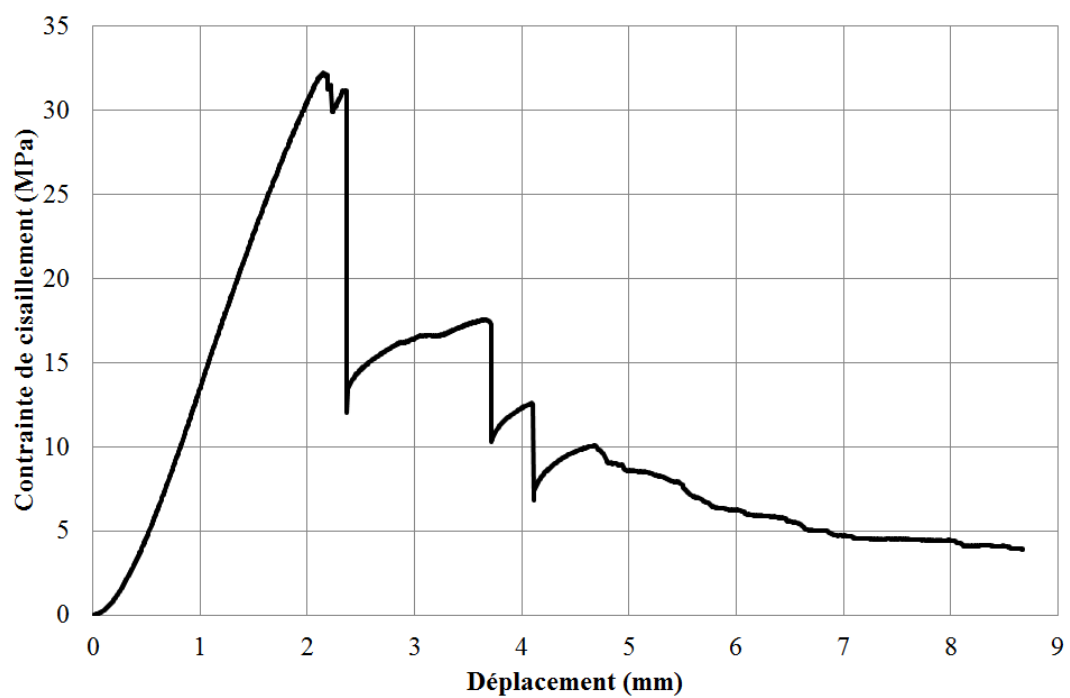


FIGURE 3.63 – Contrainte de cisaillement en fonction du déplacement pour une éprouvette de type B



FIGURE 3.64 – Premiers endommagements sur la face tendue de l'éprouvette

La valeur de la contrainte est plus faible que celle pour les éprouvettes de type A. La courbure est identique dans les deux cas mais la largeur des éprouvettes diffère. Le contact entre l'éprouvette et les plots est donc moins linéaire dans le cas des éprouvettes de type B. Par ailleurs, la couche de mat sur la partie intérieure de l'éprouvette conduit à des endommagements prématurés en traction (décohésion fibres/matrice). L'échelle joue également un rôle puisqu'il y a davantage de plis et donc d'autant plus de possibilités de voir apparaître un délaminage.

Un suivi de l'endommagement avec des capteurs d'émission acoustique est réalisé. La figure 3.65 présente la contrainte de cisaillement et l'amplitude des événements en fonction du temps. Sur la partie linéaire de la courbe de contrainte, des amplitudes entre 70 et 80 dB sont captés. Elles correspondent à des déchaussements de fibres (*cf.* section 2.3.3). Il apparaît ensuite des événements correspondant à des ruptures de fibres (proche de 100 dB) puis des décohésions avec des amplitudes entre 55 et 65 dB, qui constituent la majorité des endommagements captés. La courbe d'amplitude est très similaire à celle obtenue pour les éprouvettes de type A avec la norme ISO 14130 (figure 3.56).

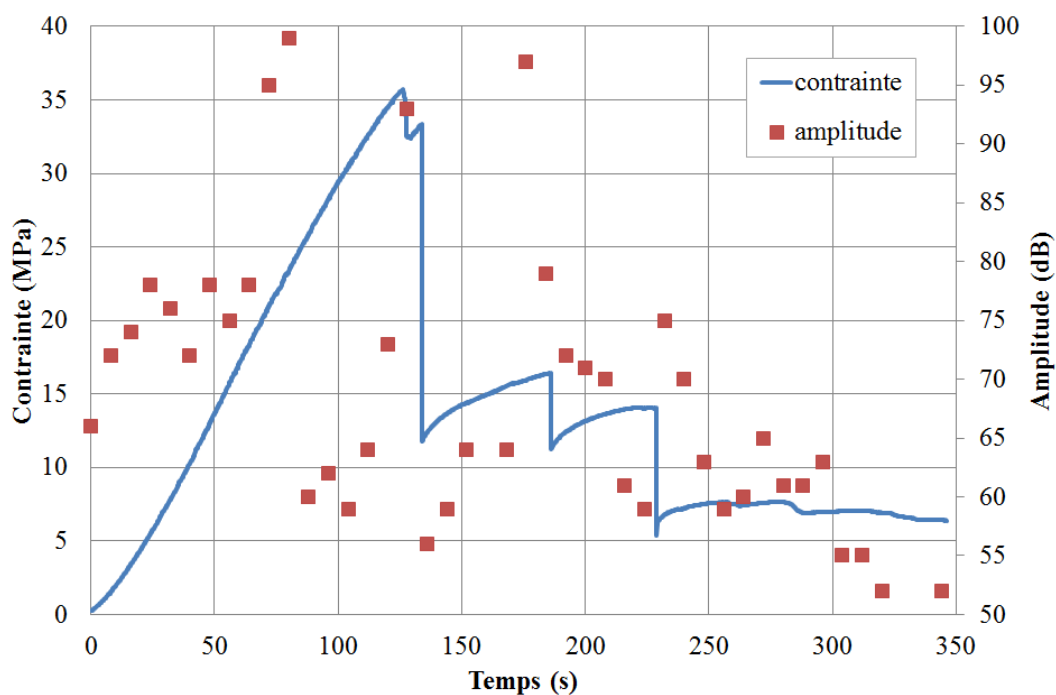


FIGURE 3.65 – Contrainte et amplitude en fonction du temps pour une éprouvette de type B

Des observations au MEB comme post-traitement des essais, montrent que les délaminages débouchants sont générés par une bande de cisaillement traversant les plis (figure 3.66) et partant de la zone comprimée par le poinçon supérieur. Il s'agit de cisaillement interlaminaire. Cette bande crée soit une rupture des fibres du pli à 0° (figure 3.67), soit des délaminages de part et d'autre du pli à 0° (figure 3.68). Le premier cas ressemble à une rupture en compression de type kink band.

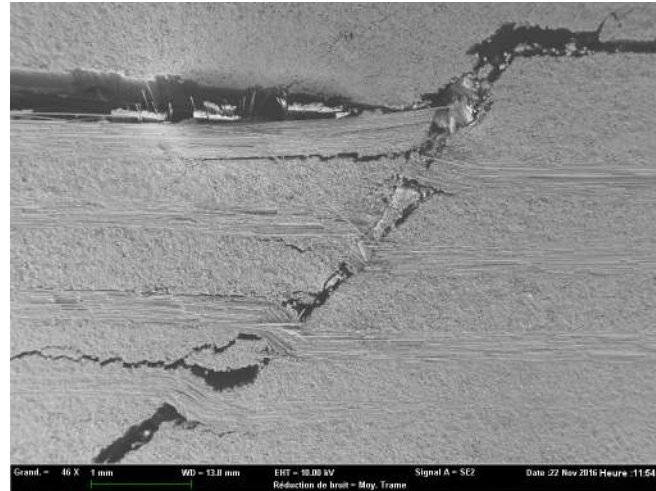


FIGURE 3.66 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : cisaillement interlaminaire (échelle en vert 1 mm)



FIGURE 3.67 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : zoom sur une zone cisailée avec rupture de fibres (échelle en vert $100\ \mu\text{m}$)

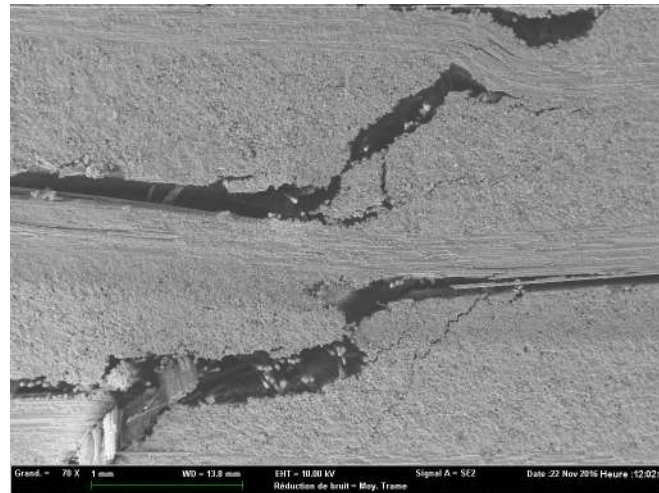


FIGURE 3.68 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : zoom sur une zone cisailée avec délaminages (échelle en vert 1 mm)

L’éprouvette rompue par un essai statique en flexion avec appuis rapprochés montrent de nombreuses décohésions (figure 3.69). La face tendue présente également des ruptures de fibres (figure 3.70) en plus des autres endommagements (figure 3.71).

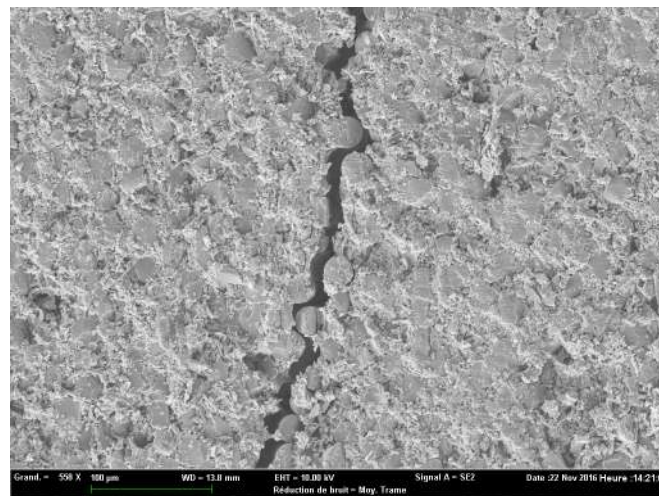


FIGURE 3.69 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : décohésion (échelle en vert 100 μm)



FIGURE 3.70 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : rupture de fibres (échelle en vert 100 μm)

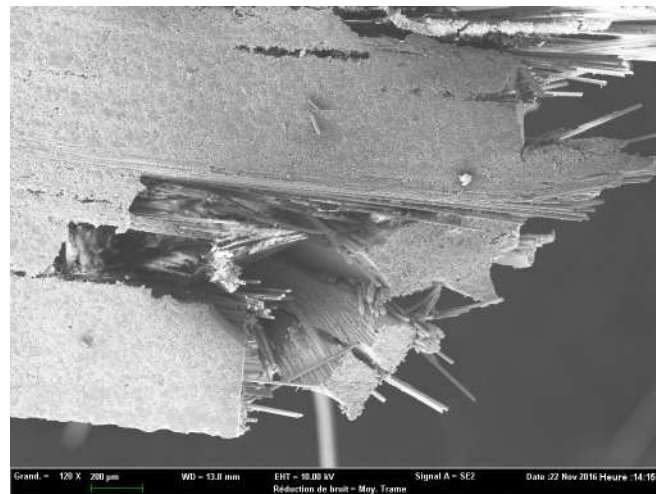


FIGURE 3.71 – Image MEB d’une éprouvette rompue en essai statique : face tendue (échelle en vert 200 μm)

3.5.3 Conclusion sur le cisaillement

Le champ de compression généré par le poinçon supérieur conduit à un cisaillement interlaminaire créant des délaminages débouchants qui sont critiques pour l’éprouvette. Les endommagements de la face tendue sont la cause de la première chute brutale de la contrainte sur les courbes d’essai. Un couplage entre des ruptures en traction et en cisaillement est observable sur ce type d’essai.

La norme ASTM D2344 donne des valeurs de contrainte maximale plus élevée que la norme ISO 14130. Cette observation est due à un effet d’échelle et à la courbure vu que les dimensions des éprouvettes sont différentes.

3.6 Flexion 3 points : type C

L'objectif de cette partie est de caractériser le matériau de type C par des essais de flexion. Sur ce type de matériau, des essais de traction ne sont pas envisageables étant donné la courbure du matériau ($d_i = 200$ mm). Il aurait fallu usiner des mors spéciaux afin de transmettre l'effort à l'éprouvette. Par ailleurs, l'intérêt de ces essais est de servir de point de référence pour appréhender la tenue mécanique du matériau après avoir subi des essais d'usure. Cet aspect est abordé dans le chapitre 4. Les essais d'usure génèrent des éprouvettes non symétriques puisqu'une seule face est usée. L'essai de flexion 3 points a donc pour avantage, contrairement à la traction de produire un champ de traction sur une seule face de l'éprouvette. Les essais sont donc réalisées dans le sens 2 (*cf.* figure 3.54) afin de pouvoir servir de référence aux éprouvettes usées.

Pour réaliser les essais de flexion 3 points, la norme NF T51 120-3 [NF T51 120-3, 1995] est suivie. Elle préconise un rapport de la distance entre appuis sur l'épaisseur de l'éprouvette (L/h) de 20 avec des renforts en fibres de verre et une largeur de l'éprouvette b de 20 mm pour des renforts non unidirectionnels. 8 éprouvettes sont testées dont les dimensions moyennes sont répertoriées dans le tableau 3.22 où L_0 est la longueur de l'éprouvette.

b (mm)	h (mm)	L_0 (mm)	L (mm)
$19,7 \pm 0,3$	$7,5 \pm 0,2$	185	165

TABLEAU 3.22 – Dimensions des éprouvettes de type C pour les essais de flexion 3 points

De la même façon que pour les essais de cisaillement, les éprouvettes sont extraites dans le sens axial des tubes et présentent donc automatiquement une courbure. Le contact entre l'éprouvette et les appuis n'est donc pas linéaire mais ponctuel.

Les essais sont réalisés avec la Zwick 100 kN (*cf.* paragraphe 2.3.3) et le dispositif de flexion des essais de cisaillement vu dans la section précédente (figure 3.72). Les essais sont conduits jusqu'à rupture avec une vitesse de déplacement de la traverse de 5 mm/min.

Ces essais donnent les équations 3.19 et 3.20 de respectivement la contrainte σ et la déformation ϵ de flexion. La force est notée F et la flèche f .

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (3.19)$$

$$\epsilon = \frac{6hf}{L^2} \quad (3.20)$$

Les essais de flexion 3 points donnent accès au module du matériau E , à sa contrainte à rupture σ_r et sa déformation maximale ϵ_r . La figure 3.73 et le tableau 3.23 présentent respectivement les courbes d'essais des 8 éprouvettes et les résultats extraits de ces courbes. Le module E correspond à la pente des courbes.

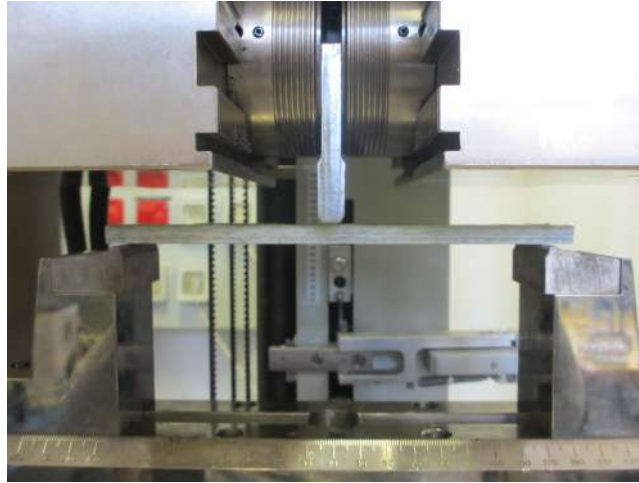


FIGURE 3.72 – Montage pour les essais de flexion 3 points

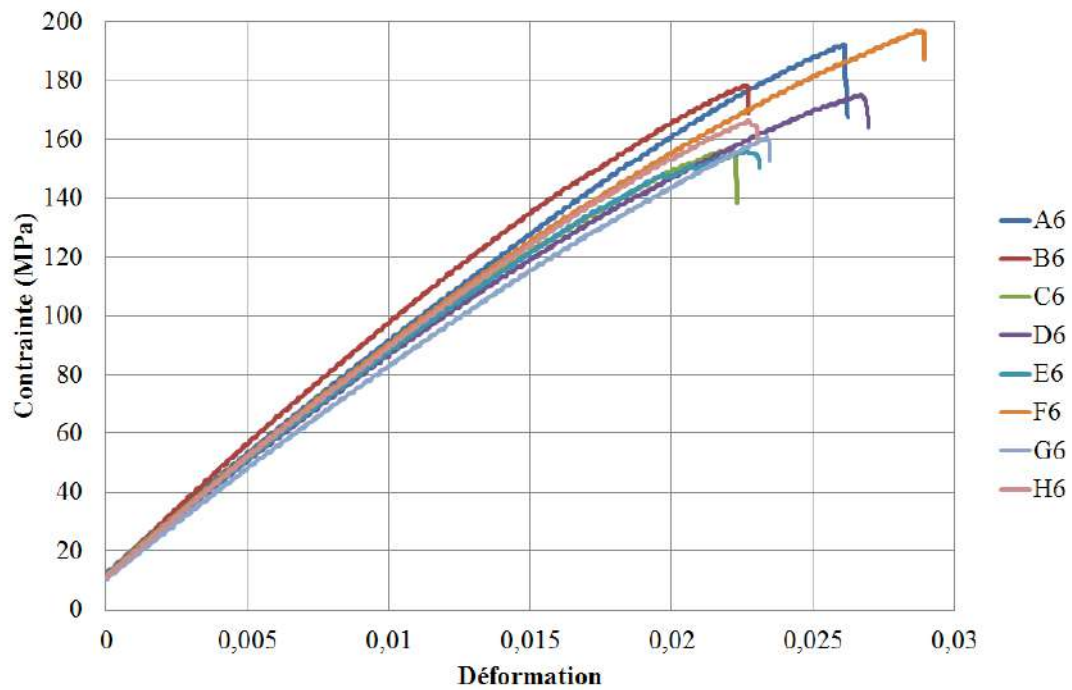


FIGURE 3.73 – Contrainte en fonction de la déformation pour les 8 éprouvettes testées en flexion

E (GPa)	ϵ_r (%)	σ_r (MPa)
$7,62 \pm 0,39$	$2,46 \pm 0,24$	172 ± 16

TABLEAU 3.23 – Résultats des essais de flexion 3 points sur les éprouvettes de type C

Ces données serviront de référence pour caractériser le matériau après usure (*cf.* paragraphe 4.2.2.3).

3.7 Conclusion sur la caractérisation du matériau

Au préalable, le taux de porosité du matériau composite verre/vinylester étudié ici est déterminé par une méthode analytique *via* des mesures du taux de fibres et de la densité du composite. Ensuite, le comportement viscoélastique de la résine vinylester ainsi que celui du composite verre/vinylester sont analysés par des essais de DMA. Cela permet de valider le temps de post-cuisson afin que le matériau soit complètement réticulé. Les relaxations principales et secondaires sont ainsi obtenues.

Le matériau composite est caractérisé par divers essais mécaniques : traction simple, compression radiale, cisaillement et flexion trois points. Ces essais complémentaires permettent d'accéder à la fois aux propriétés élastiques et aux propriétés à rupture.

Les essais de compression radiale ont notamment permis de caractériser le matériau *via* une structure et non une éprouvette. Cela donne accès aux propriétés du pli unidirectionnel grâce à l'utilisation d'une méthode inverse et d'un algorithme d'optimisation. Cet aspect n'est pas possible avec une méthode directe lorsque la stratification est complexe. En revanche, les propriétés de l'empilement sont identiques qu'elles soient obtenues par méthode directe ou inverse.

Un effet d'échelle est observable sur les essais de cisaillement entre les éprouvettes de type A et de type B puisque la résistance en cisaillement est différente. Cet aspect n'est pas visible pour les essais de traction simple où le module d'Young obtenu est du même ordre de grandeur entre le matériau de type A et celui de type B.

Le matériau étant maintenant caractérisé, une étude de durabilité vis-à-vis des applications industrielles est menée dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Durabilité

Ce chapitre vise à caractériser le matériau en durabilité, c'est-à-dire la tenue dans le temps. Quatre types d'essais sont présentés indépendamment : fatigue, choc, usure et vieillissement. Dans les sous parties associées à chaque sollicitation, un couplage avec une autre sollicitation ou avec un essai statique est proposé pour voir les effets combinés.

L'objectif final est de pouvoir conclure sur la tenue mécanique dans le temps, du matériau sélectionné dans le cadre du projet, suite à ces différentes sollicitations, en donnant des coefficients d'abattement.

4.1 Fatigue

Les essais expérimentaux de fatigue sont conduits pour estimer la limite d'endurance du matériau. Théoriquement, la citerne subit approximativement 100 000 cycles de pression/dépression en raison de la mise sous vide, au cours de sa vie. Le mode de chargement jugé le plus critique est le cisaillement interlaminaire compte tenu de l'utilisation d'un matériau sandwich pour la version 2. C'est pourquoi, l'essai choisi est de la flexion 3 points avec appuis rapprochés afin de rendre le cisaillement prépondérant. Les résultats des essais statiques ont été présentés dans la section 3.5.

4.1.1 Expériences

Le montage expérimental est identique aux essais statiques. Seul un cycle de chargement en contrainte ondulée de compression est possible avec ce dispositif expérimental. Dans la suite, les chargements sont pris en valeur absolue, ils seront donc positifs. Le rapport de charge $R = \frac{F_{min}}{F_{max}}$ est choisi égal à 0,1. Ce rapport permet de maintenir une pression minimale pour éviter que le contact entre l'appui supérieur et l'éprouvette ne disparaisse. Le signal des cycles est de type sinusoïdal alterné (figure 4.1). L'amplitude de force F_a et

la force moyenne F_m sont données par les relations de l'équation 4.1.

$$\begin{cases} F_a = \frac{F_{max} - F_{min}}{2} \\ F_m = \frac{F_{max} + F_{min}}{2} \end{cases} \quad (4.1)$$

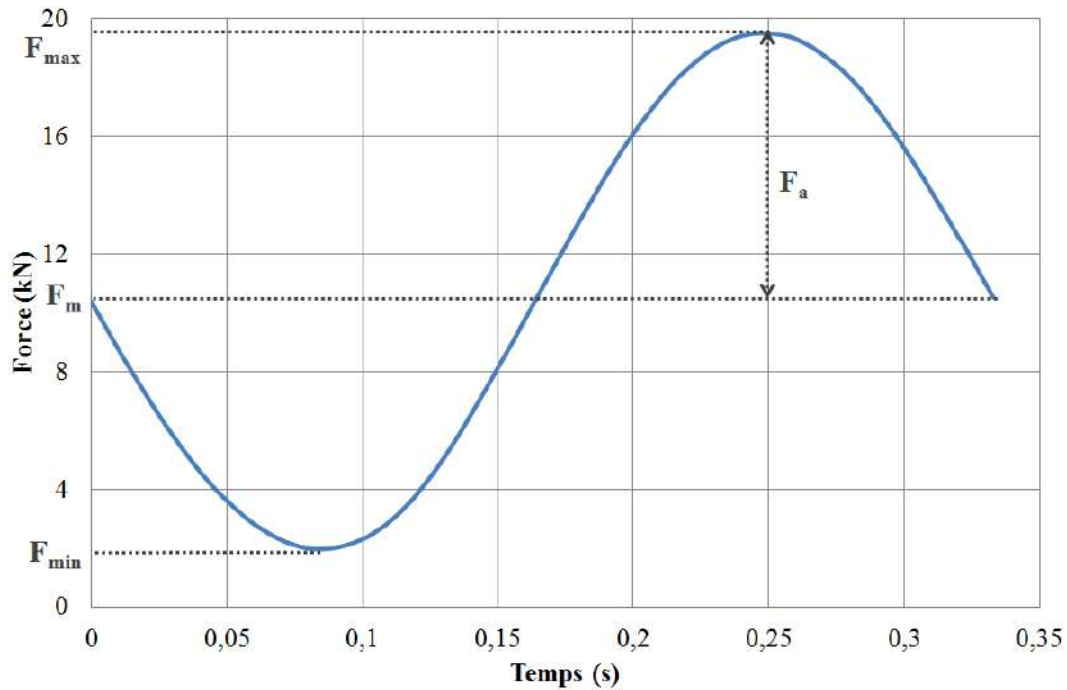
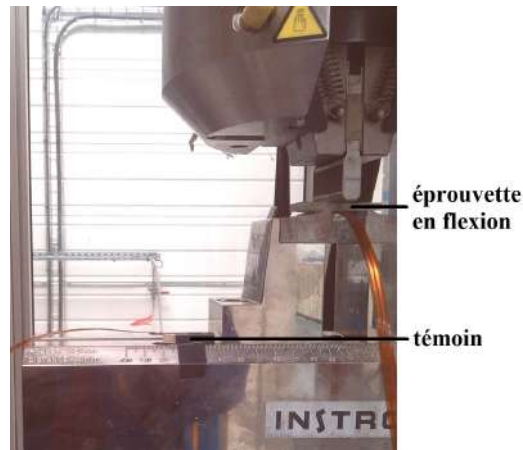
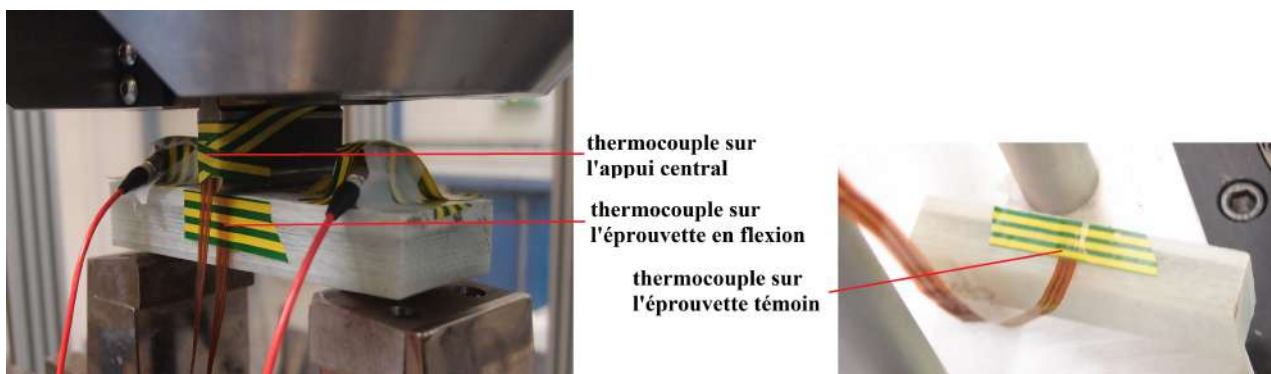


FIGURE 4.1 – Signal sinusoïdal alterné

Pour limiter l'auto-échauffement du matériau, la fréquence est prise égale à $3Hz$. Cela est vérifié en utilisant des thermocouples qui sont installés pendant les essais de fatigue. Un thermocouple suit la température de l'éprouvette soit sur la face opposée à l'appui central pour l'éprouvette de type A avec la norme ISO 14130, soit sur la tranche de l'éprouvette lorsqu'elle est de type B. Un autre thermocouple est positionné sur une éprouvette témoin qui ne voit pas de chargement. Pour les éprouvettes de type B, un thermocouple est également ajouté sur l'appui central métallique. Ces deux dernières mesures servent de référence pour ajuster la valeur de celle de l'éprouvette en flexion. Les figures 4.2 a) et b) montrent les dispositifs expérimentaux pour suivre ces différentes températures.



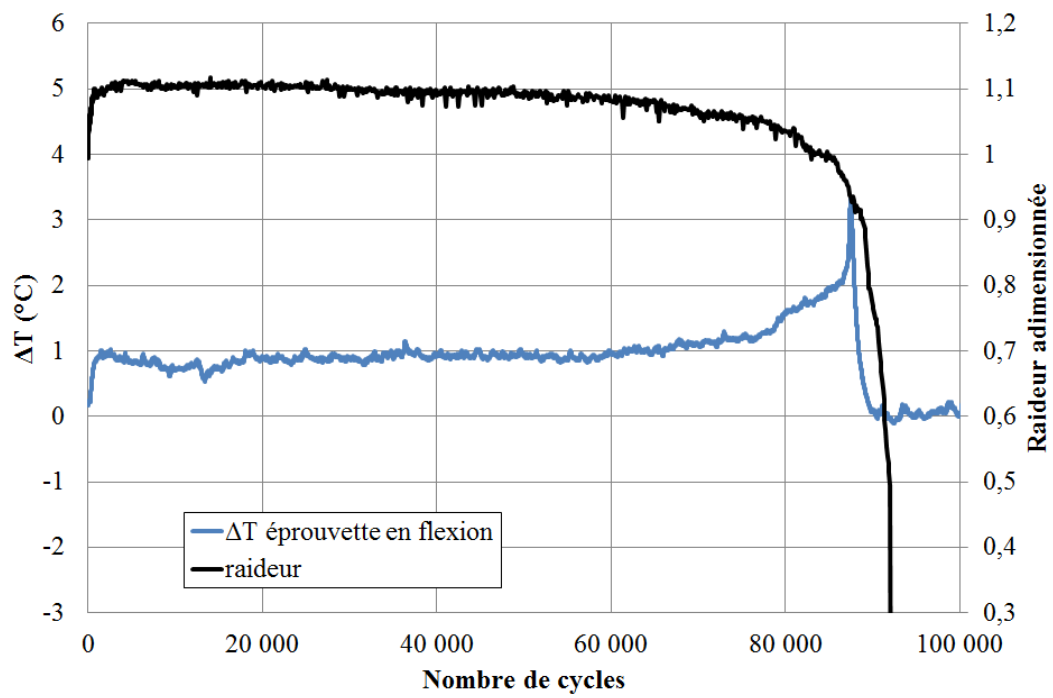
(a) Type A, norme ISO 14130



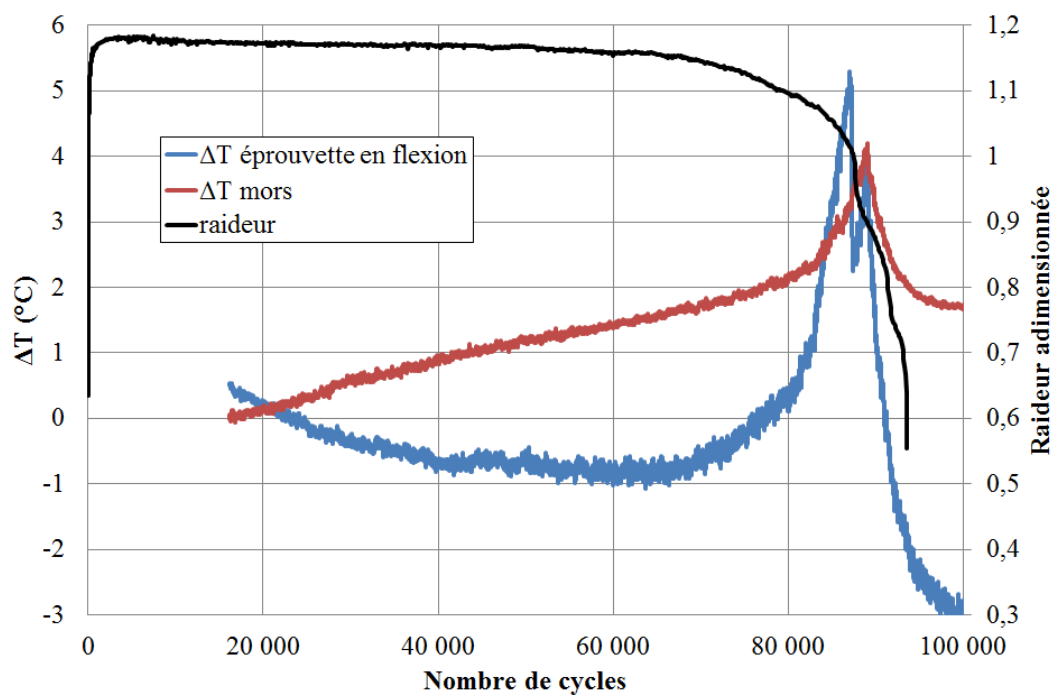
(b) Type B, norme ASTM D2344

FIGURE 4.2 – Dispositif de mesures des températures

L'éprouvette voit sa température augmenter de 3°C à 5°C au cours de l'essai en fonction du type de matériau (figures 4.3 a) et b)) pour une fréquence de 3Hz . Cette élévation de température est sous-estimée étant donné que la mesure n'est pas réalisée au point où l'éprouvette chauffe le plus, *i.e.* au coeur de l'éprouvette sous l'appui central. Par ailleurs, l'élévation de température la plus marquée a lieu en parallèle de la perte de raideur. Leur couplage a été préalablement montré dans la thèse de Westphal [Westphal, 2014]. Avec une fréquence de 3Hz , l'auto-échauffement est donc négligé.



(a) Type A, norme ISO 14130



(b) Type B, norme ASTM D2344

FIGURE 4.3 – Evolution de la température de l'éprouvette pendant un essai de fatigue avec perte de raideur

4.1.2 Méthode de l'escalier

La méthode de l'escalier [Dixon et Mood, 1948] [Rabbe *et al.*, 2017] est une technique expérimentale pour estimer la limite d'endurance d'un matériau pour un certain nombre de cycles.

Cette technique est utilisée pour sa simplicité de mise en oeuvre et un nombre faible d'éprouvettes nécessaire (une dizaine minimum) pour obtenir la limite d'endurance au contraire de certaines méthodes comme celle des probits [Rabbe *et al.*, 2017].

La méthode de l'escalier consiste à tester des éprouvettes à différents niveaux de contrainte. Ce niveau est choisi en fonction du niveau précédent. Le niveau augmente d'un pas déterminé si l'éprouvette précédente est saine après l'essai et diminue dans le cas contraire.

Le pas est dicté par la précision de la machine. Dans notre cas, la précision du capteur est à 0,5% de son effort maximum admissible soit 0,5 kN pour le capteur 100 kN par exemple. Le pas ne pourra donc pas être inférieur à 0,5 kN. Pour ce qui est de la contrainte, cela dépend des dimensions des éprouvettes (*cf.* équation 1.4).

Pour l'exploitation des résultats, il faut tout d'abord, en fonction des résultats expérimentaux obtenus, choisir le cas de figure le plus fréquemment rencontré entre la rupture ou la non rupture. Pour chaque niveau de chargement, noté i , on compte le nombre d'éprouvette rompu (ou non rompu), noté n_i . $I+1$ est le nombre de niveaux de contrainte testé. Trois paramètres N , A et B sont définis selon les relations de l'équation 4.2.

$$\left\{ \begin{array}{l} N = \sum_{i=0}^I n_i \\ A = \sum_{i=0}^I i n_i \\ B = \sum_{i=0}^I i^2 n_i \end{array} \right. \quad (4.2)$$

La limite d'endurance σ_D est estimée selon la relation 4.3 où σ_0 correspond au niveau de contrainte le plus faible rencontré et p est le pas. Le signe « + » est employé lorsque la non rupture est considérée et le signe « - » lorsqu'il s'agit de la rupture. La relation 4.4 donne l'écart type de la limite d'endurance S . Cette formule est valable si le facteur $\frac{NB-A^2}{N^2}$ est supérieur à 0,3. Plus le nombre d'éprouvettes sera élevé et plus la mesure pourra être précise et donc S faible.

$$\sigma_D = \sigma_0 + p \left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right) \quad (4.3)$$

$$S = 1,62p \left(\frac{NB - A^2}{N^2} + 0,029 \right) \quad (4.4)$$

4.1.3 Détermination de la limite d'endurance

La méthode de l'escalier est ici appliquée aux types de matériau A et B et en suivant les préconisations de deux normes différentes. Le détail des résultats expérimentaux est présenté pour les éprouvettes de type B et suivant la norme ASTM D2344 [ASTM D2344, 2000]. La démarche est identique pour les autres expériences.

Grâce aux données obtenues par les essais statiques, la contrainte de cisaillement maximale est connue et vaut $34,0 \pm 2,5$ MPa. Des essais préliminaires nous ont permis de montrer que la limite d'endurance est estimée valoir entre 40 et 50 % de la résistance statique. Le premier test se fait donc à 15 MPa soit environ 45% de la résistante statique. Le pas entre les différents niveaux est pris égal à 1 MPa. Il est doublé par rapport à la précision du capteur de la machine étant donné les fortes variations des dimensions des éprouvettes sur une même campagne d'essais.

La campagne d'essais qui suit la méthode de l'escalier est résumée dans le tableau 4.1 où 4 niveaux de contraintes sont expérimentés. Lorsque l'éprouvette est saine après 10^5 cycles de charge, le signe « o » est indiqué dans le tableau, sinon c'est le signe « x ».

i	τ_i (MPa)	Numéro de l'essai								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
3	18								x	
2	17			x		x		o		x
1	16		o		o		o			
0	15	o								

TABLEAU 4.1 – Méthode de l'escalier pour le matériau de type B et la norme ASTM D2344

Dans cette campagne d'essais, le cas le plus fréquent est la non rupture (« o » dans le tableau 4.1). Le tableau 4.2 est ainsi construit et les paramètres N, A et B sont déterminés.

Les limites d'endurance à 10^5 cycles sont estimées selon la méthode de l'escalier, et résumées dans le tableau 4.3 en fonction du matériau et de la norme utilisée.

i	$\tau_i(\text{MPa})$	n_i	$a_i(in_i)$	$b_i(i^2n_i)$
0	15	1	0	0
1	16	3	3	3
2	17	1	2	4
3	18	0	0	0
Σ		N = 5	A = 5	B = 7

TABEAU 4.2 – Calculs des paramètres de la méthode de l’escalier pour le matériau de type B et la norme ASTM D2344

Type de matériau	Norme	$\tau_D(\text{MPa})$	$S(\text{MPa})$
Type A	ISO 14130	11,4	0,9
	ASTM D2344	16,3	2,3
Type B		16,5	0,7

TABEAU 4.3 – Limites d’endurance et écarts type obtenus par la méthode de l’escalier en fonction du matériau et de la norme utilisée

Les limites d’endurance sont différentes d’une norme à l’autre bien que le matériau soit identique. Cet aspect est cohérent avec les essais statiques où l’écart relatif des résistances statiques vaut 29% (*cf.* paragraphe 3.5.1). L’écart sur les limites d’endurance vaut 30%. Les raisons de cet écart sont semblables à celles listées concernant les essais statiques.

Les limites d’endurance sont en revanche équivalentes pour la même norme mais avec un matériau différent. Cela n’était pas le cas pour les essais statiques qui montraient une disparité des résistances. Cependant, étant donné les écarts type, les valeurs des résistances statiques se recoupent contrairement à la valeur avec la norme ISO 14130. Cela montre que l’épaisseur n’a pas de rôle tant que la stratification est identique.

4.1.4 Courbe de Wöhler

Des essais supplémentaires sont conduits en plus de ceux pour déterminer les limites d’endurance dans les paragraphes précédents, afin de connaître l’évolution des propriétés du matériau en dessous de 10^5 cycles de charge. Ces essais supplémentaires permettent d’établir des courbes de Wöhler.

La courbe de Wöhler est construite en contrainte puisque les essais de fatigue sont contrôlés en force. Les durées de vie sont définies à 10% de perte de raideur. Le nombre de cycle à 10% de perte de raideur est noté $N_{10\%}$.

Le critère à 10% de perte de raideur est utilisé dans de nombreuses études sur les composites en verre/époxy [Vauthier, 1996] [Franco *et al.*, 2011] ou sur les composites à matrice thermoplastique [Djebbar et Salvia, 2013]. Lorsque ce critère est atteint, l’endom-

agement du matériau est irréversible [Fiore *et al.*, 1986]. Roudet [Roudet, 1998] compare le nombre de cycles à rupture en prenant un critère à 5 et 10 % de perte de raideur avec le nombre de cycles à la « défaillance », c'est-à-dire lorsque l'éprouvette est entièrement endommagée. Elle sélectionne finalement le critère à 10 % puisque « la défaillance de l'éprouvette intervient très peu de temps après 10 % de perte de raideur ».

La raideur notée R est exprimée selon l'équation 4.5 où F_{max} et F_{min} sont respectivement les forces maximale et minimale du cycle et d_{max} et d_{min} les déplacements maximum et minimum. La figure 4.4 donne l'exemple d'un cycle de fatigue.

$$R = \frac{F_{max} - F_{min}}{d_{max} - d_{min}} \quad (4.5)$$

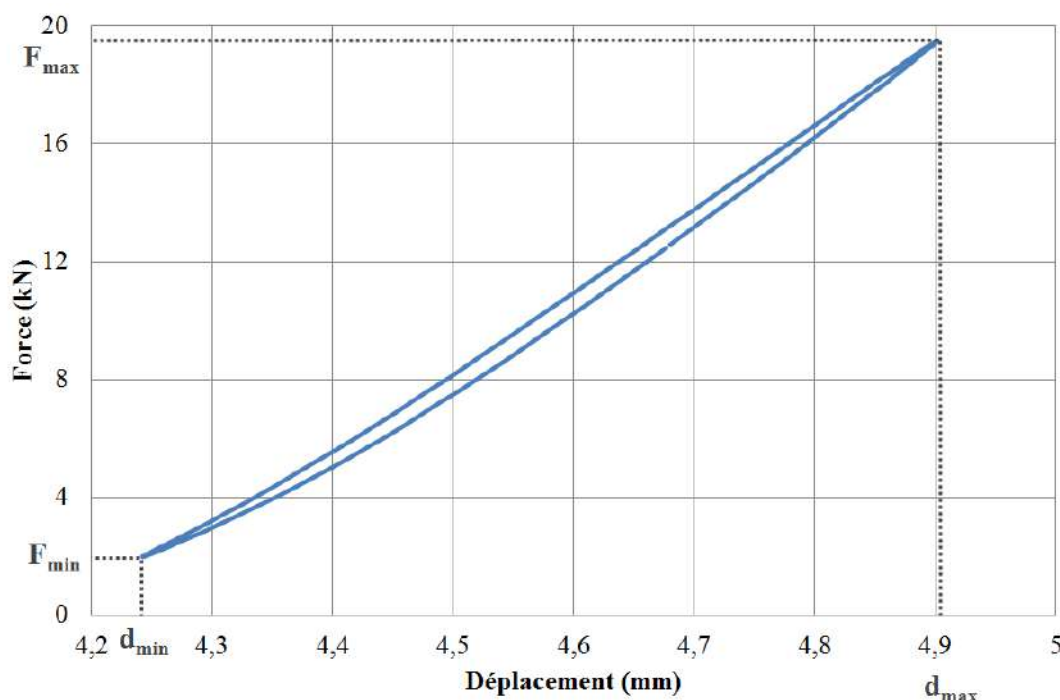


FIGURE 4.4 – Exemple de cycle de fatigue

La figure 4.5 montre des exemples de courbe de raideur en fonction du nombre de cycles. La raideur est ici adimensionnée sur la valeur initiale pour visualiser plus facilement le pourcentage de perte. L'éprouvette est considérée saine après 10^5 cycles de charge si sa perte de raideur n'a pas excédée 10% (courbe bleue). Dans le cas contraire, l'éprouvette est considérée rompue à $N_{10\%}$ (courbe rouge). La raideur augmente au début des courbes puisqu'une accommodation a lieu sur les premiers cycles de chargement. En effet, la consigne en force n'est pas respectée immédiatement.

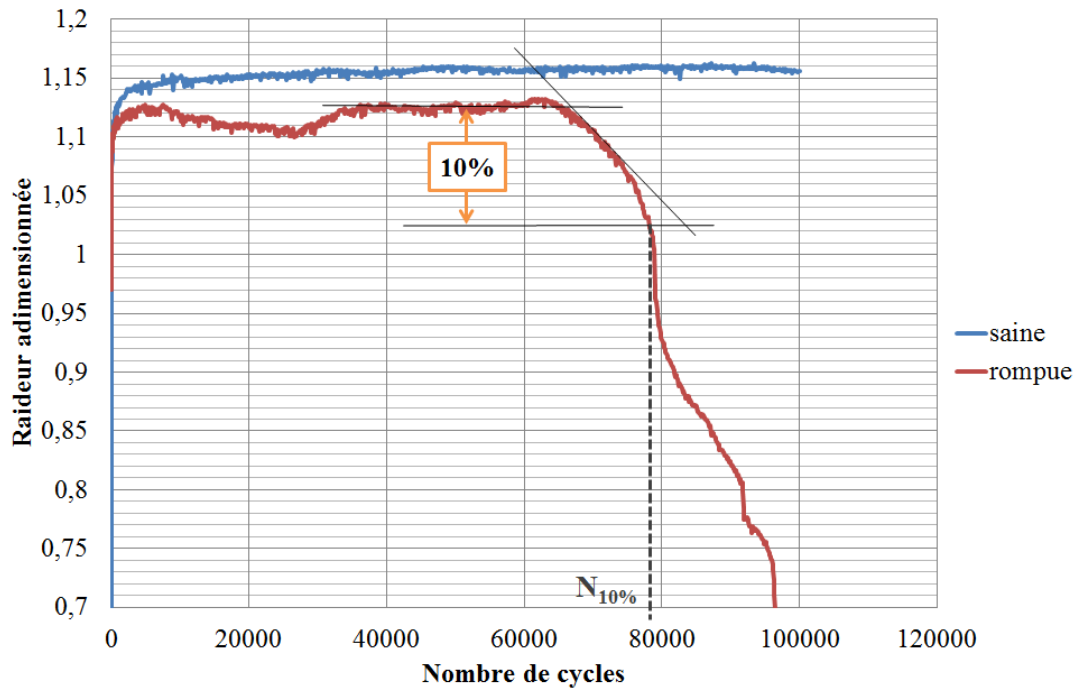


FIGURE 4.5 – Exemples de courbe de raideur en fonction du nombre de cycles pour une éprouvette saine et une éprouvette rompue

Les courbes de Wöhler déterminées avec les deux normes et pour les matériaux de type A et B sont présentées sur la figure 4.6. La présence d'une flèche sur un marqueur indique que l'essai associé a été interrompu malgré la non rupture de l'éprouvette. Les résistances statiques apparaissent sur la courbe pour un nombre de cycles de 1. L'allure des courbes est identique, puisque au centre, elles montrent une allure linéaire. Cet aspect est décrit plus loin avec le modèle de Basquin. La norme ISO donne des valeurs plus faibles de contrainte pour un nombre de cycles déterminé par rapport à la norme ASTM, tout comme c'est le cas pour les limites d'endurance obtenues dans le paragraphe précédent. De la même façon, que le matériau soit de type A ou de type B, les points de la courbe de Wöhler se superposent avec l'utilisation de la même norme et donc des mêmes proportions dans les dimensions des éprouvettes.

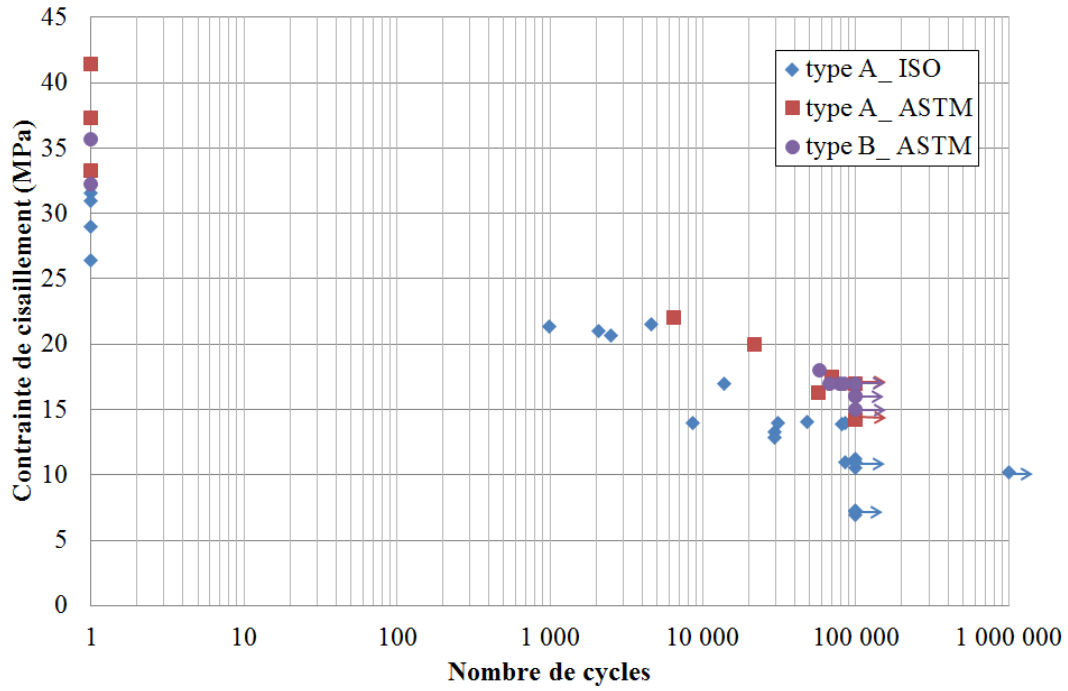


FIGURE 4.6 – Courbes de Wöhler déterminées avec les deux normes et pour les matériaux des types A et B

Loi de Basquin

La loi de Basquin [Buch, 1988] permet de décrire la partie centrale de la courbe de Wöhler (entre 10^3 et 10^5 cycles généralement) si celle-ci est linéaire. Manjunatha *et al.* [Manjunatha *et al.*, 2010] utilisent cette loi pour décrire le comportement en fatigue de matériau composite verre/époxy entre 300 et 50 000 cycles de charge. L'amplitude de contrainte σ_a s'exprime en fonction du nombre de cycles à rupture N (ici $N_{10\%}$) selon l'équation 4.6 où C et m sont des paramètres du modèle. Manjunatha *et al.* [Manjunatha *et al.*, 2010] définissent C comme le coefficient de résistance à la fatigue (FSC) et m comme l'exposant de résistance à la fatigue (FSE). Leur détermination se fait par régression linéaire de la partie centrale de la courbe de Wöhler. Le tableau 4.4 donne leur valeur en fonction du matériau et de la norme utilisée.

$$\sigma_a = \left(\frac{C}{N} \right)^{1/m} \quad (4.6)$$

Type de matériau	Norme	C	m
Type A	ISO 14130	2,76E+15	8,64
	ASTM D2344	4,25E+11	6,34
Type B		3,48E+13	7,03

TABLEAU 4.4 – Paramètres de la loi de Basquin en fonction du matériau et de la norme utilisée

4.1.5 Endommagement

Des observations au microscope électronique à balayage (MEB) sont effectuées afin d’appréhender les modes de rupture générés par les essais de fatigue. Pour ce faire une éprouvette considérée saine et une autre considérée rompue (*cf.* figure 4.5) du matériau de type B sont analysées.

La première présente de la décohésion fibres/matrice horizontale au niveau du point d’appui supérieur (figure 4.7) et verticale sur la zone tendue (figure 4.8). Par ailleurs, du matage au niveau des appuis inférieurs est visible, créant des fissures du même type (figure 4.9). Roudet [Roudet, 1998] observe également du matage aux niveaux des points d’appui et analyse son influence. Elle conclue que la profondeur de matage est liée à la charge appliquée au cours du cycle, et au nombre de cycles supportés par l’éprouvette sollicitée. Un déchargement temporaire de l’éprouvette est même possible lorsque la profondeur de matage dépasse la flèche imposée malgré un cycle de chargement compression-compression imposé. Roudet contrôle les essais en flèche imposée et non en force comme c’est le cas dans notre étude. Le matage est un phénomène inévitable. Elle propose d’en tenir compte dans l’évaluation de la résistance à la fatigue.

Ces décohésions ne sont pas critiques pour l’éprouvette et aucune perte de raideur n’est observée malgré leur apparition.

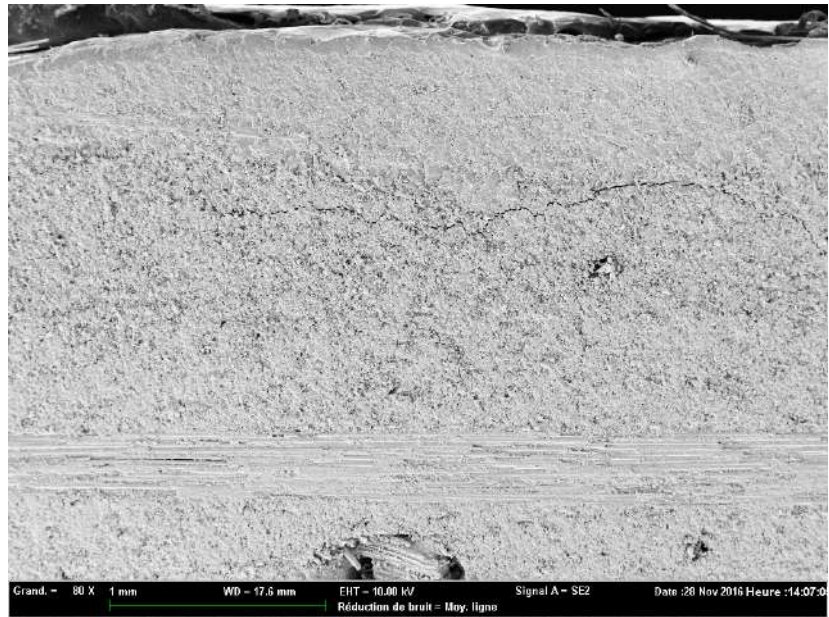


FIGURE 4.7 – Image MEB d’une éprouvette considérée saine : décohésion horizontale (échelle en vert 1 mm)

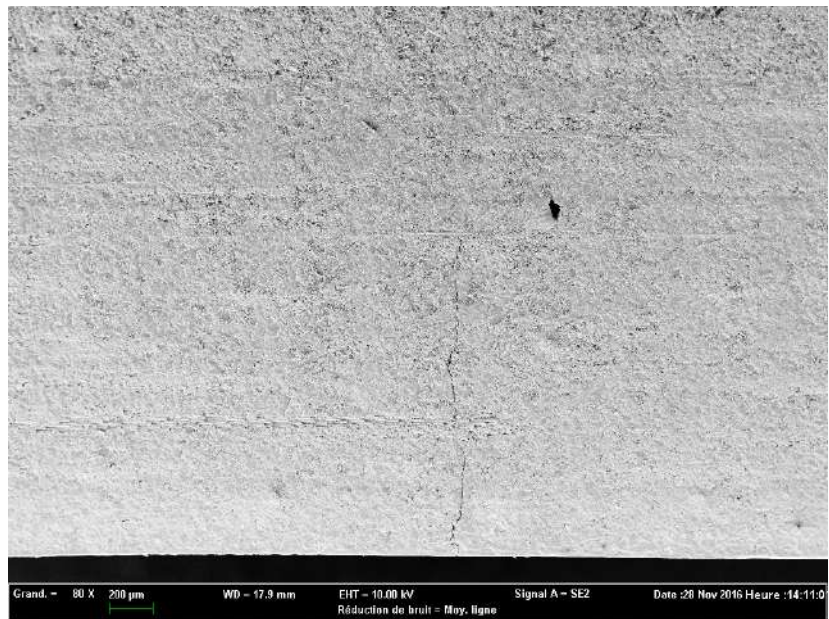


FIGURE 4.8 – Image MEB d’une éprouvette considérée saine : décohésion verticale (échelle en vert 200 μm)

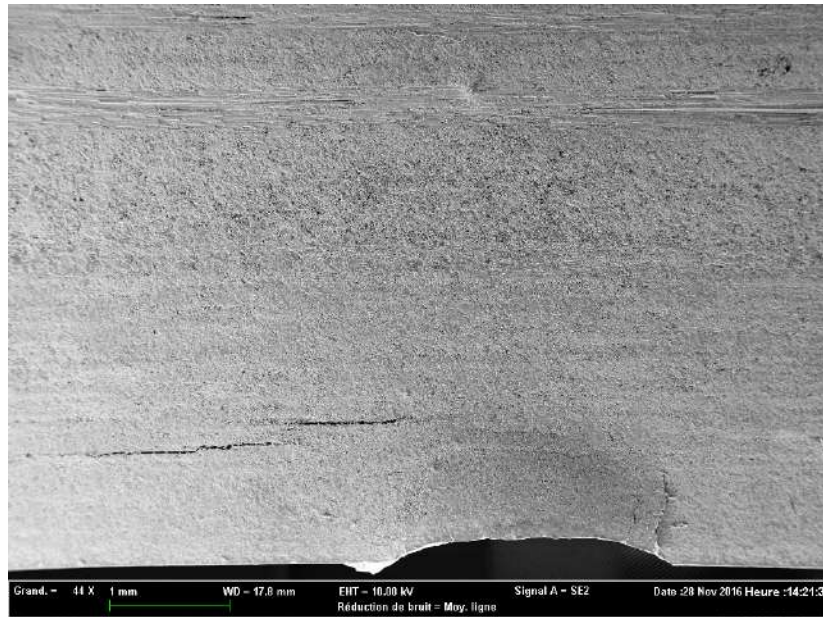


FIGURE 4.9 – Image MEB d’une éprouvette considérée saine : matage (échelle en vert 1 mm)

Pour l’éprouvette rompue après l’essai, c’est-à-dire avec une perte de raideur supérieure à 10%, les endommagements s’apparentent à ceux des éprouvettes testées en statique (*cf.* paragraphe 3.5). On retrouve une bande de cisaillement traversant les plis (figure 4.10) ayant comme point de départ la zone en contact avec l’appui supérieur. De la même façon, cette bande génère soit une rupture des fibres du pli à 0° (figure 4.11), soit des délaminages de part et d’autre du pli à 0° . En revanche, les ruptures de fibres du pli à 0° sont ici en un seul endroit contrairement aux essais statiques où deux zones apparaissent (type kink band).

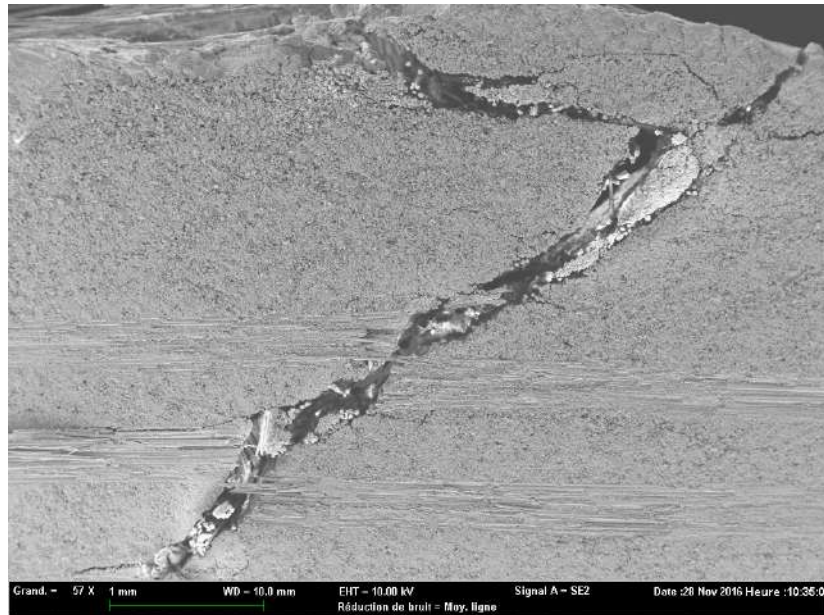


FIGURE 4.10 – Image MEB d'une éprouvette rompue : cisaillement interlaminaire (échelle en vert 1 mm)

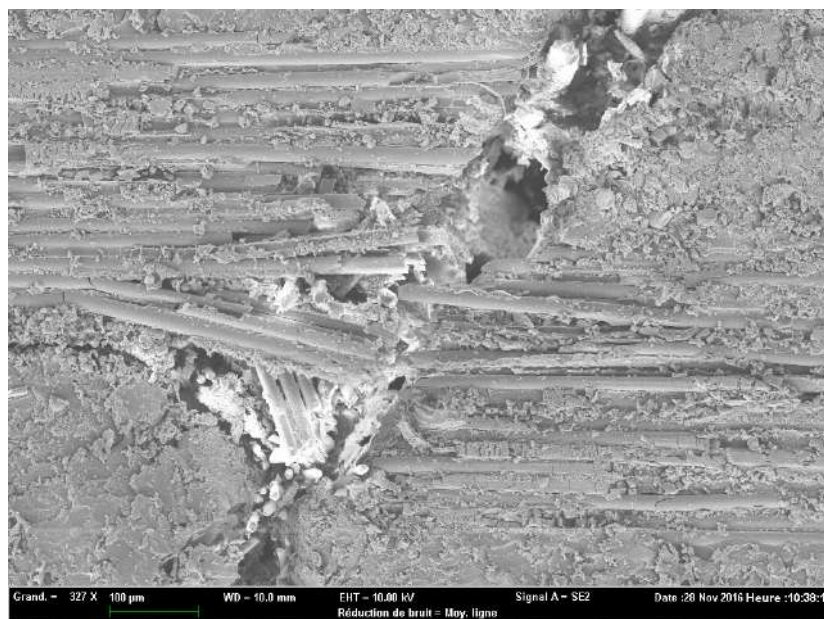


FIGURE 4.11 – Image MEB d'une éprouvette rompue : zoom sur une zone cisailée avec rupture de fibres (échelle en vert 100 μm)

La face tendue présente également des endommagements (figure 4.12) : fissuration matricielle, décohésion fibres/matrice, ruptures de fibre et délaminages.

En revanche, la perte de raideur de l'éprouvette est due au délaminage débouchant généré par le cisaillement interlaminaire et non par le champ de traction créant des endommagements sur la face tendue.

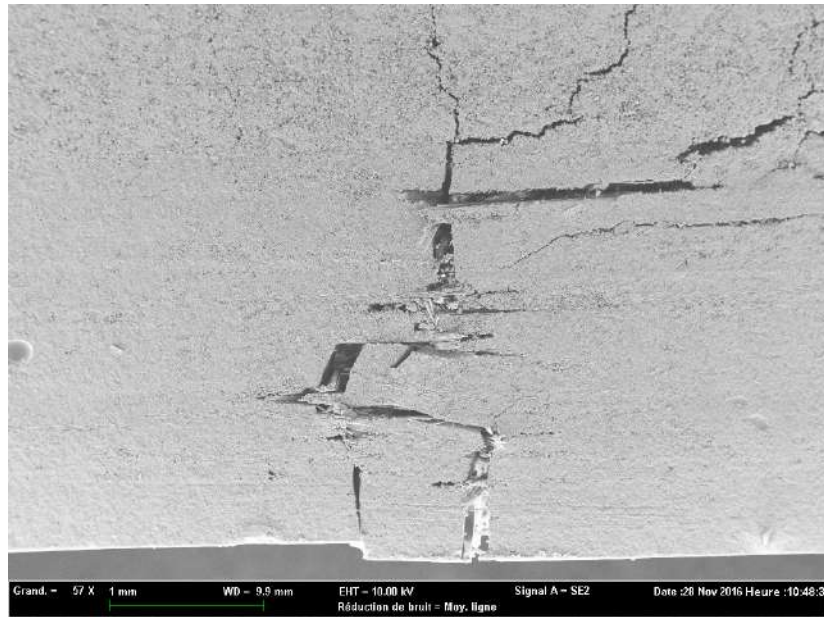


FIGURE 4.12 – Image MEB d’une éprouvette rompue en fatigue : face tendue (échelle en vert 1 mm)

Les éprouvettes rompues montrent un matage au niveau des appuis inférieurs plus important que les éprouvettes considérées saines après l’essai. La figure 4.13 présente un matage de 0,7 mm sur une éprouvette rompue, soit trois fois plus élevé que sur une éprouvette saine (figure 4.9). Ce matage génère des fissures horizontales mais elles ne sont pas critiques pour l’éprouvette, puisqu’il s’agit d’un phénomène local.

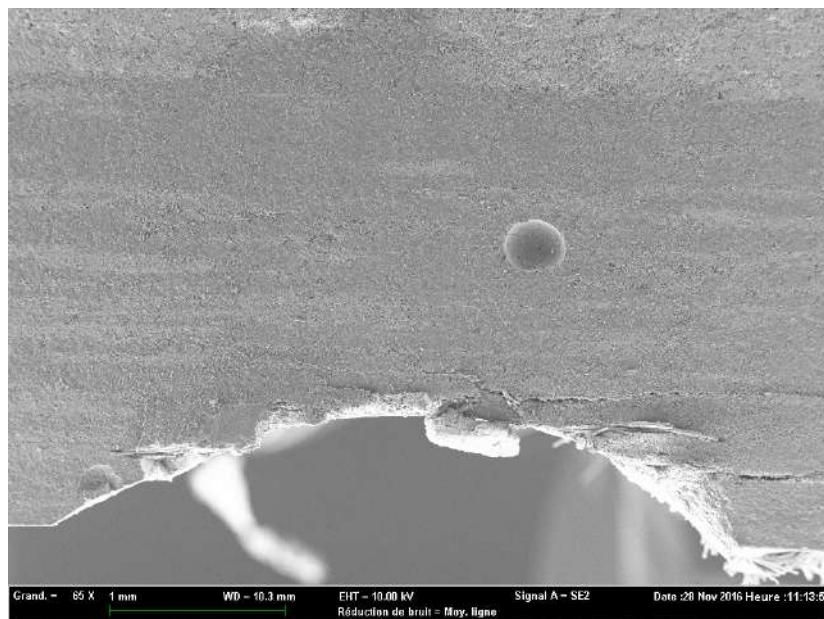


FIGURE 4.13 – Image MEB d’une éprouvette rompue : matage (échelle en vert 1 mm)

Par ailleurs, la présence de porosité ne semble pas modifier la propagation de la bande de cisaillement. La figure 4.14 montre une porosité proche de la bande de cisaillement, sans influence. Seules quelques courtes fissures horizontales non débouchantes sont présentes.

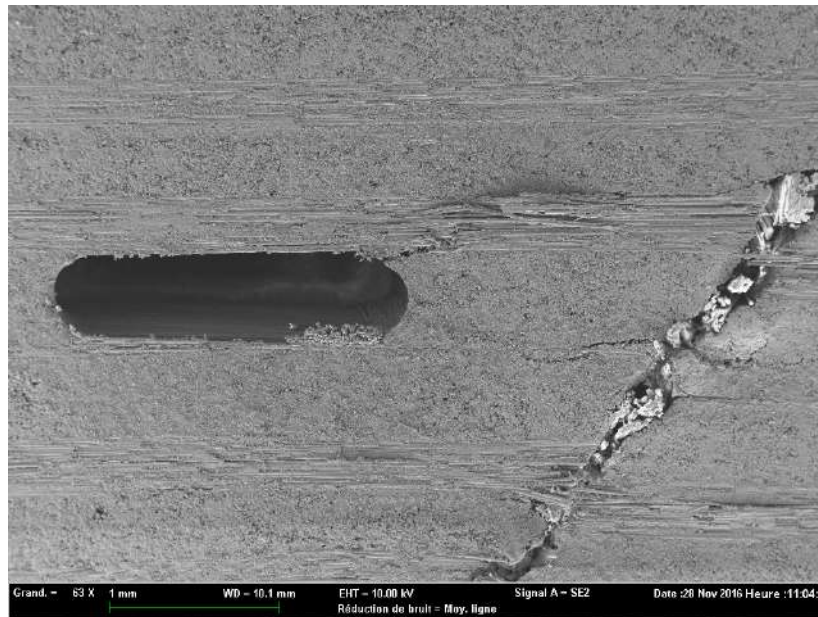


FIGURE 4.14 – Image MEB d'une éprouvette rompue en fatigue : porosité (échelle en vert 1 mm)

4.1.6 Conclusion sur la fatigue

L'essai de flexion 3 points avec appuis rapprochés est utilisé afin de générer un champ de cisaillement dominant sur ceux de traction et de compression.

La limite d'endurance est obtenue expérimentalement par l'utilisation de la méthode de l'escalier. Elle dépend de la norme utilisée. En revanche quelle que soit la norme, la limite d'endurance correspond à une perte moyenne de $56 \pm 5\%$ par rapport aux résistances statiques. Les matériaux de types A et B présentent la même limite d'endurance malgré leur épaisseur différente. Cela s'explique par le fait qu'ils ont la même structure de stratification.

Les limites d'endurance sont ici sous estimées étant donné le couplage dans les modes de rupture. En effet, des fissures dues au champ de contraintes en traction apparaissent avant celles générées par le cisaillement. Ces dernières sont en revanche la cause de la perte de raideur de l'éprouvette puisqu'elles créent un délaminage débouchant et critique pour l'éprouvette.

Pour compléter l'étude, les courbes de Wöhler sont présentées et permettent d'accéder aux paramètres de la loi de Basquin décrivant la partie centrale de ces courbes.

4.2 Choc et usure

En conditions réelles d'utilisation, la citerne subit des chocs dus à l'aspiration de produits présents dans les canalisations. Ces derniers sont de forme, de taille et de matériau variés : parpaing, gravier, bloc de terre, ferrailles, sable, *etc.* Une fois les divers objets aspirés, la citerne subit de l'usure par frottement lorsque le camion démarre, roule, freine ou lors de l'évacuation des déchets. Une campagne expérimentale de chocs et d'usure est ainsi réalisée indépendamment et présentée dans les sous-parties suivantes.

4.2.1 Choc

Avant de réaliser la campagne expérimentale, une étude préliminaire est nécessaire pour connaître la vitesse des objets aspirés. Pour cela, il faut instrumenter le camion en service. A l'aide d'un tube de Pitot, la vitesse de l'air est estimée à 10 m/s. Il s'agit ainsi de la vitesse maximale que peuvent atteindre les objets aspirés. Un moyen de mesure de la vitesse que peuvent avoir ces objets est donc conçu. La solution choisie utilise deux surfaces laser espacées d'une distance d (10 cm) à travers lesquelles passent les objets aspirés (figure 4.15). Ces lasers servent de détecteurs et permettent de déterminer l'instant de passage. La vitesse est ainsi déduite grâce au rapport de la distance sur le temps.

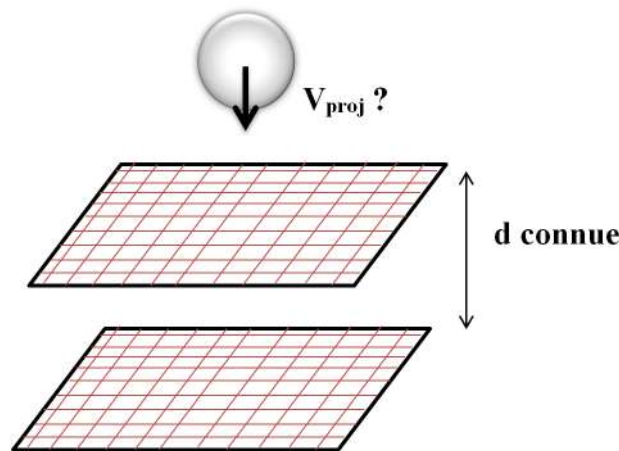
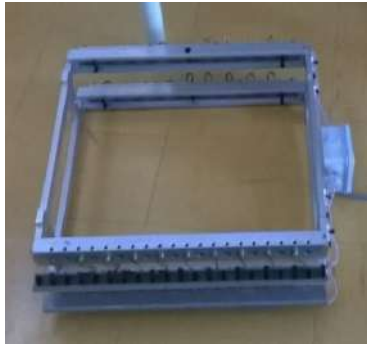
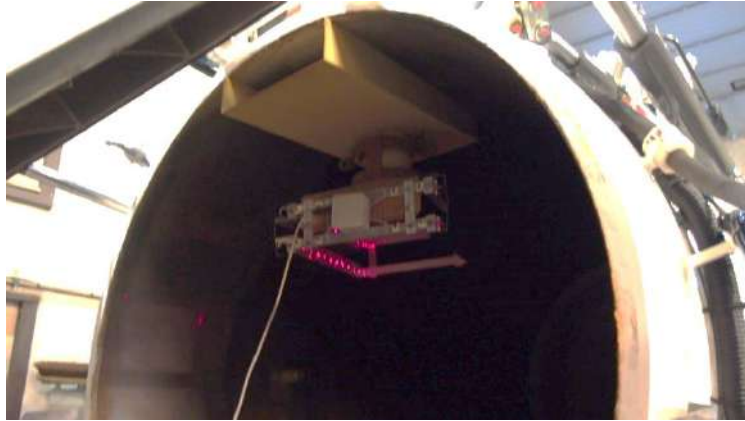


FIGURE 4.15 – Principe du dispositif de mesures de vitesses

Le montage est alors fixé sur le tube qui rentre dans la citerne et qui guide les déchets. La figure 4.16 présente le dispositif fabriqué (a) et installé dans le camion (b) pour les mesures de vitesses dans les conditions réelles. Il est possible de distinguer les deux rampes de capteurs laser un fois le dispositif en place.



(a)



(b)

FIGURE 4.16 – Dispositif a) fabriqué et b) installé dans le camion

Cette campagne d'essais en conditions réelles est réalisée avec différents types, formes et masses d'objets. Finalement, plus le matériau est lourd, plus sa vitesse sera faible. En outre, plus le matériau sera aérodynamique et donc avec une forme profilée, plus sa vitesse sera importante. En conclusion, la vitesse d'impact ne dépasse pas 8 m/s. Cette valeur confirme l'utilisation d'une tour de chute pour reproduire les chocs en laboratoire.

4.2.1.1 Essais d'impact

La tour de chute ainsi que son instrumentation sont présentées dans le paragraphe 2.3.5.

2 formes d'impacteur sont utilisées :

- hémisphérique (figure 4.17 a)) ;
- saillante (figure 4.17 b)).

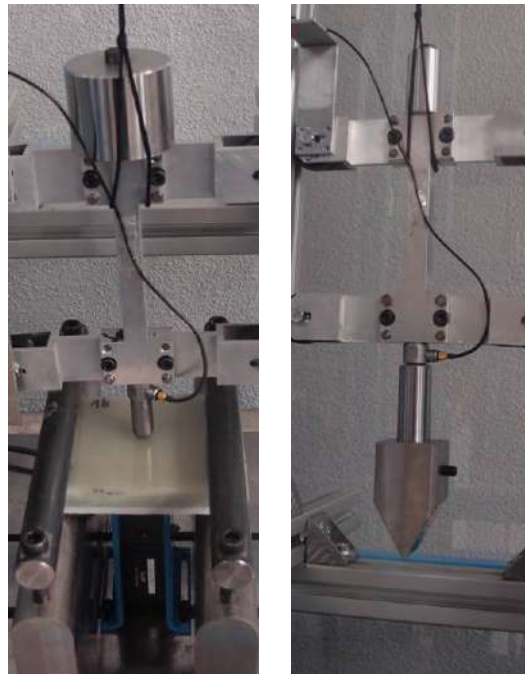
La hauteur maximale de chute est d'environ 3 m (h), ce qui permet d'avoir une vitesse d'impact de l'ordre de 7,5 m/s ($\sqrt{2gh}$). Les impacteurs font 2 kg chacun, ce qui correspond au cahier des charges.

Matériaux et éprouvettes

Les matériaux testés à l'impact sont de 4 types et divisés en deux catégories :

- non revêtu ou monolithique (m) ;
- revêtu :
 - kevlar avec 1, 2 ou 3 couches (k) ;
 - polyuréthane (p) ;
 - liège (l).

Les matériaux revêtus sont constitués sous leur couche de protection d'un renfort mécanique composé de fibres longitudinales et de couches de mat.



(a) Hémisphérique (b) Saillante

FIGURE 4.17 – Forme des impacteurs pour les essais de choc

La largeur et la longueur des plaques ont respectivement comme valeurs 100 et 150 mm. Toutes les plaques sont planes sauf le monolithique qui présente une courbure (diamètre intérieur de 1 500 mm). Il s'agit du matériau de type B. Les épaisseurs des éprouvettes sont résumées dans le tableau 4.5.

Abréviation	Epaisseur (mm)
m	$20,98 \pm 1,35$
1k	$15,58 \pm 0,59$
2k	$16,66 \pm 0,45$
3k	$17,43 \pm 0,84$
p	$21,57 \pm 0,70$
l	$20,41 \pm 0,41$

TABLEAU 4.5 – Epaisseur des éprouvettes d'impact

Les éprouvettes sont serrées de part et d'autre sur des supports fixes, comme la figure 4.17 a) le montre. L'éprouvette monolithique n'a en revanche pas un contact linéaire avec les supports à cause de sa courbure (figure 4.18).

L'objectif est de confronter la résistance à l'impact de ces différentes solutions afin d'en sélectionner une. Cela permettra ainsi de protéger la citerne localement.

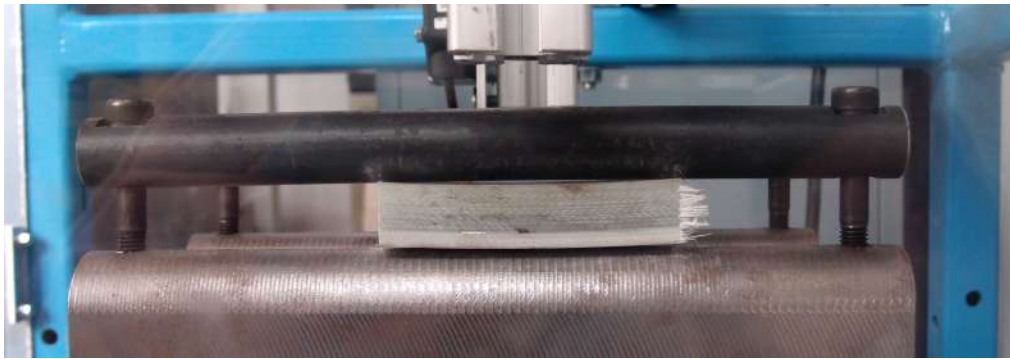


FIGURE 4.18 – Contact entre l'éprouvette monolithique et les supports fixes

Résultats avec l'impacteur hémisphérique

Les figures 4.19 et 4.20 présentent les courbes de force d'un impact hémisphérique en fonction du temps pour les différentes solutions de matériau. Plus la force maximale est élevée et plus le temps de contact est faible. Ce phénomène est un prérequis sur les essais d'impact. Un temps de contact élevé est caractéristique d'un matériau souple, ce qui est le cas ici pour le polyuréthane (p) par exemple.

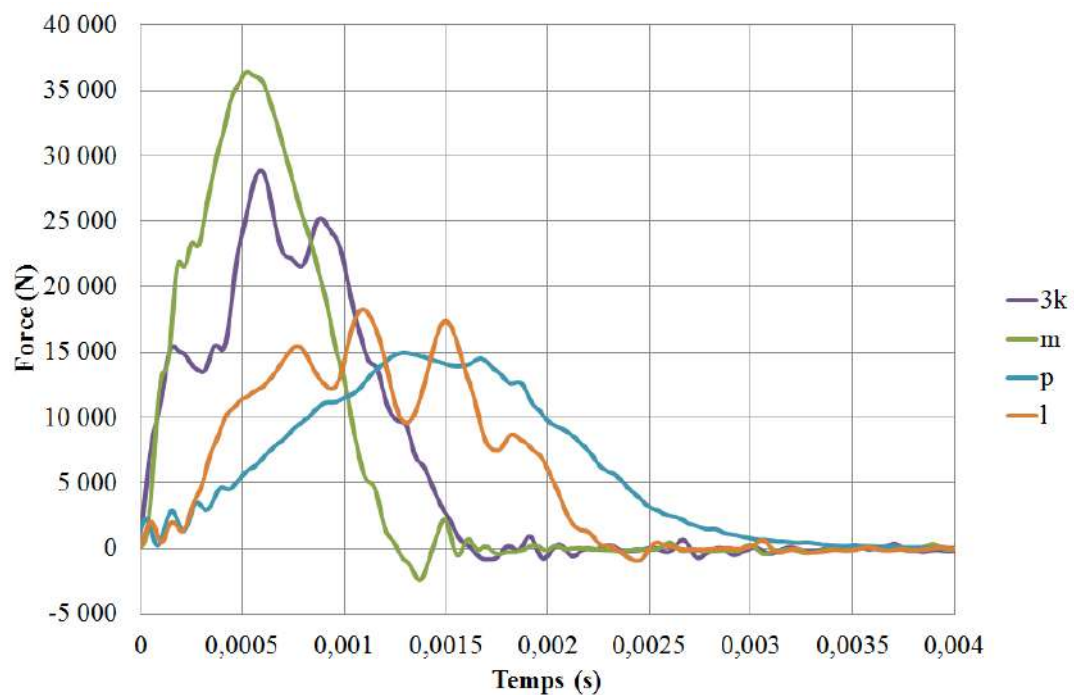


FIGURE 4.19 – Force en fonction du temps pour un impact hémisphérique : comparaison des solutions

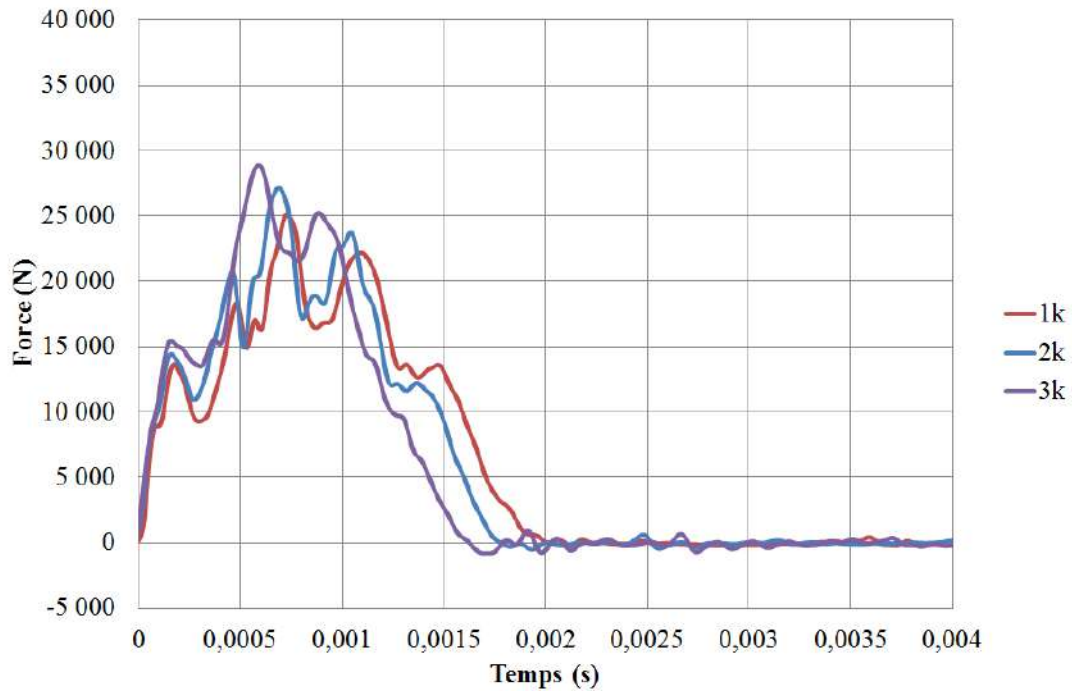


FIGURE 4.20 – Force en fonction du temps pour un impact hémisphérique : revêtement kevlar

Par ailleurs, le début de la montée de la courbe de force correspond à la prise de contact entre le matériau et l'impacteur. Il s'agit d'un effet local du matériau. Le reste de la courbe montre la réponse de la structure. Sur les courbes expérimentales, la prise de contact est identique entre le kevlar (k) et le monolithique (m) tandis que l'effet structure montre un comportement distinct du fait que le renfort mécanique soit différent. Cet aspect est d'autant plus visible sur la figure 4.20 où seules une ou deux couches de kevlar différencient les éprouvettes.

De la même façon, la prise de contact entre le polyuréthane (p) et le liège (l) est similaire tandis que ce n'est pas le cas de l'effet structure pour les mêmes raisons.

La figure 4.21 présente la déflexion du dos des plaques impactées en fonction du temps pour un impact hémisphérique. La déflexion du polyuréthane (p) est plus élevée et plus étalée dans le temps que celle du monolithique (m) puisque son renfort mécanique est moins épais et son revêtement est plus amortissant. Il faut noter que les déflexions mesurées sont faibles par rapport aux épaisseurs des plaques (environ 10%).

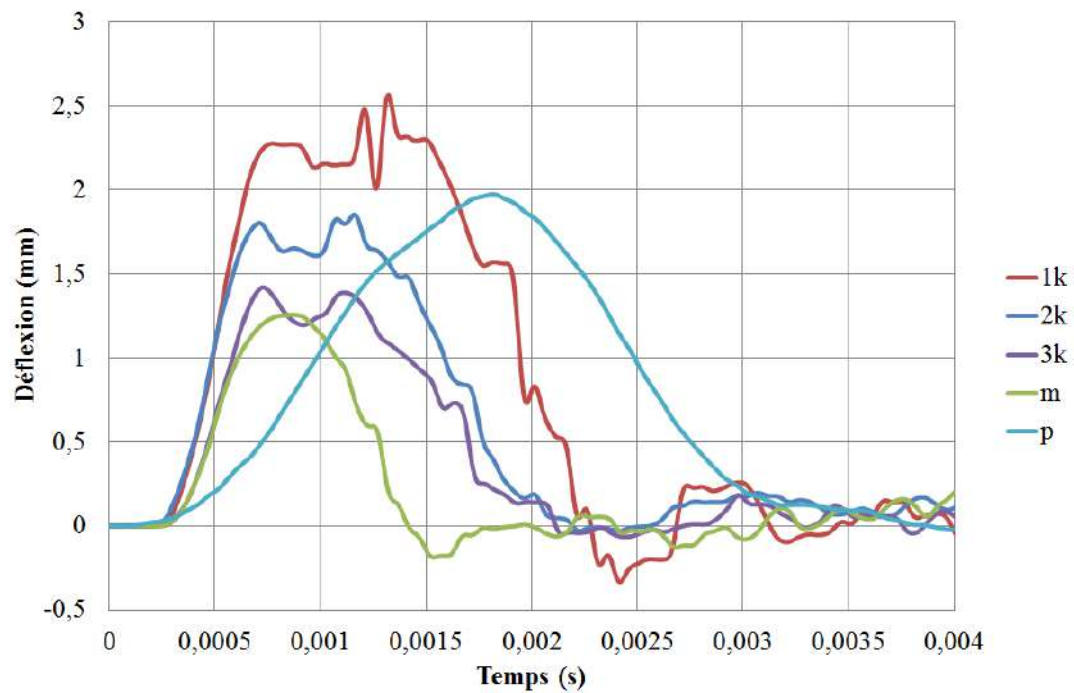


FIGURE 4.21 – Déflexion en fonction du temps pour un impact hémisphérique : comparaison des solutions

Résultats avec l'impacteur de forme saillante

Les mêmes essais ont été conduits avec un embout saillant. Les figures 4.22 et 4.23 présentent la force d'impact en fonction du temps pour les différentes solutions. La déflexion du dos de la plaque en fonction du temps est exposée sur la figure 4.24. Les mêmes observations que pour les impacts hémisphériques sont visibles. En revanche, pour les plaques revêtues d'une, deux ou trois couches de kevlar, l'écart entre les courbes de force et de déflexion est moins prononcé que celui avec l'impact hémisphérique. Les forces maximales atteintes ici sont globalement deux fois moins élevées que lors des essais hémisphériques. Les déflexions restent cependant du même ordre de grandeur. Les mêmes conclusions s'appliquent.

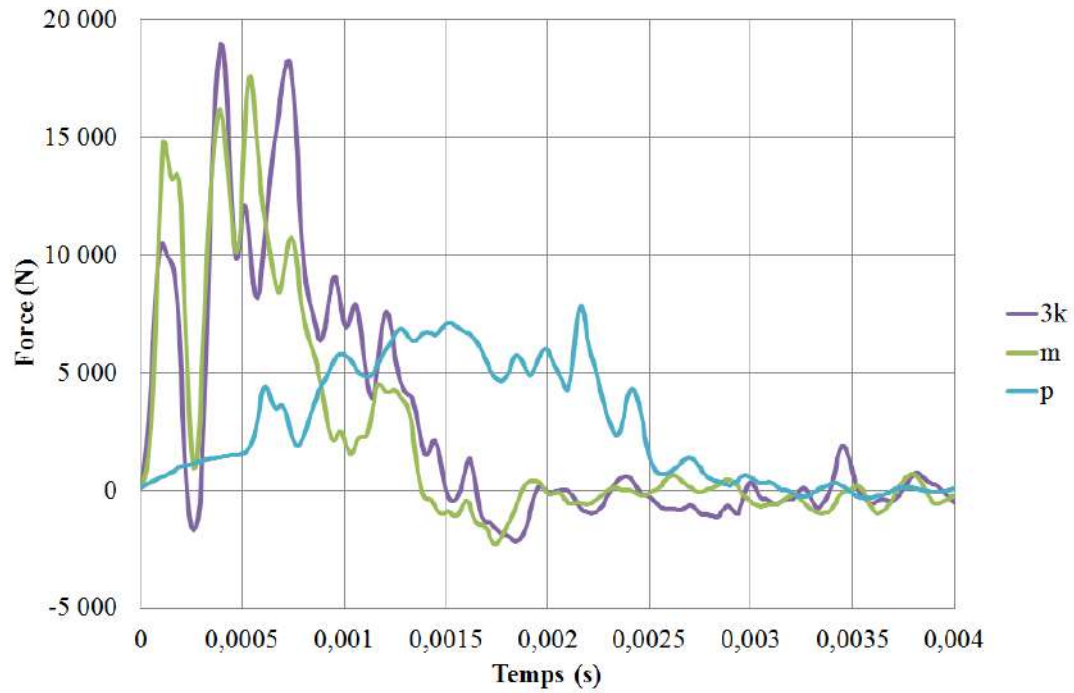


FIGURE 4.22 – Force en fonction du temps pour un impact saillant : comparaison des solutions

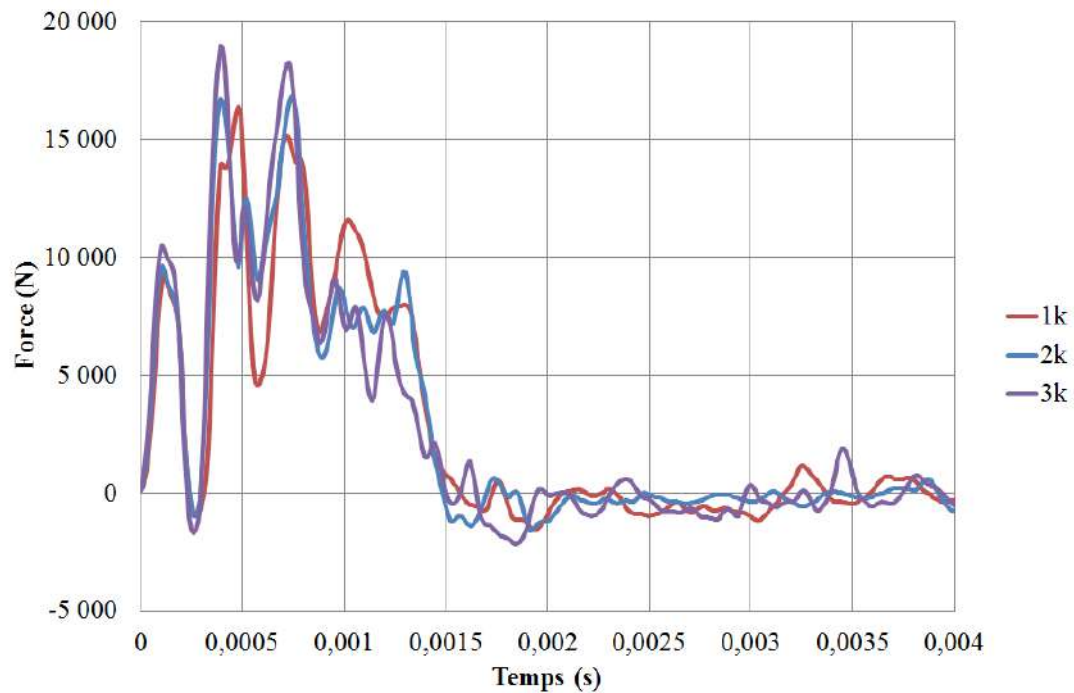


FIGURE 4.23 – Force en fonction du temps pour un impact saillant : revêtement kevlar

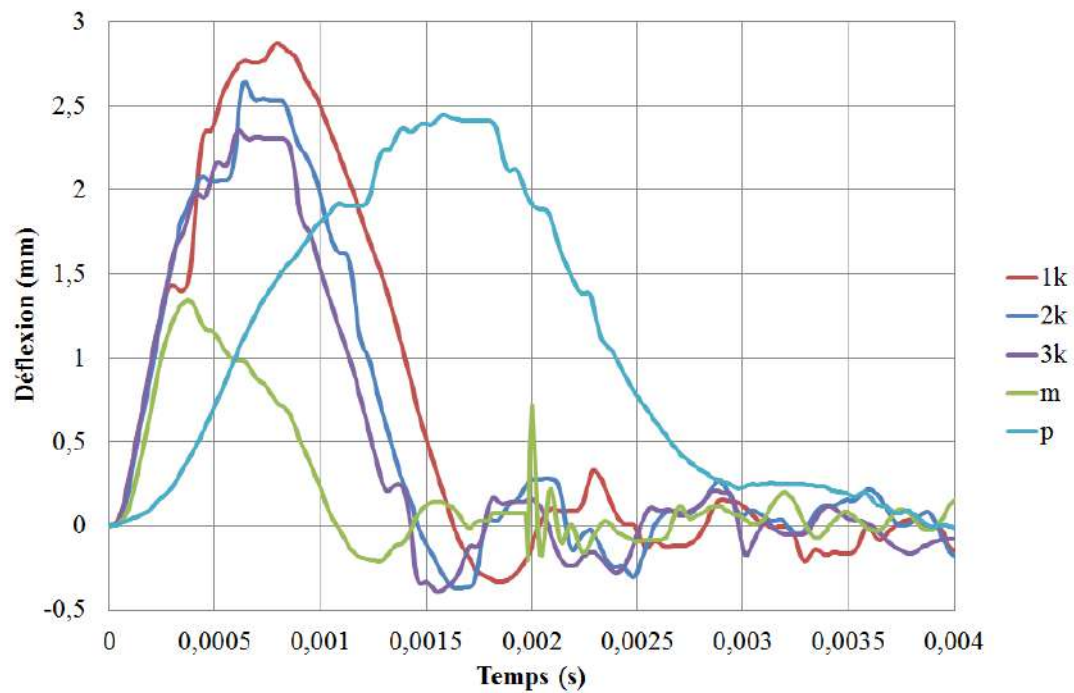
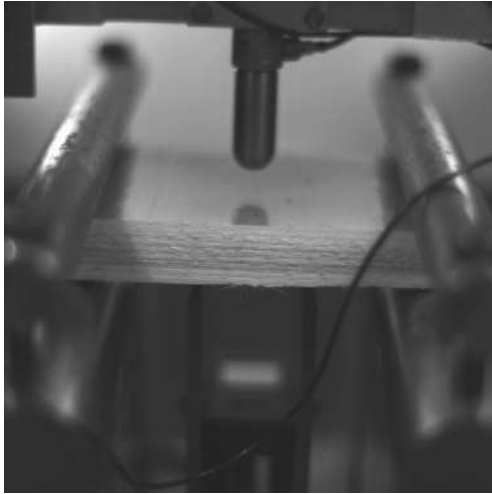


FIGURE 4.24 – Déflexion en fonction du temps pour un impact saillant : comparaison des solutions

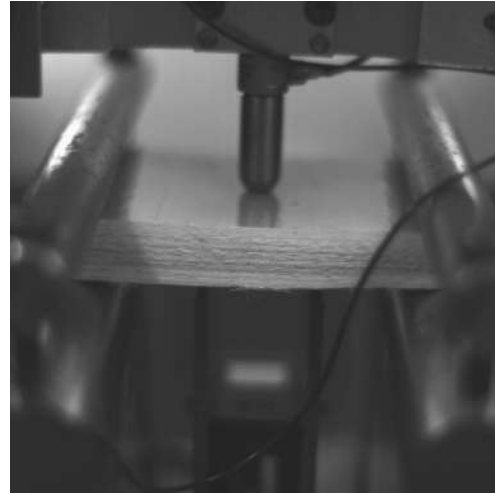
Caméra rapide

Afin de visualiser l'impact en détails, il est nécessaire de filmer avec une caméra rapide. En effet étant donné le très faible temps de contact entre la plaque et l'impacteur (inférieur à 3 ms), il s'agit du seul outil permettant d'avoir une vision globale de ce qu'il se produit. Cet outil nous a permis de voir que l'impacteur n'est pas assez rigide pour subir un tel choc. Il se déforme au moment de l'impact.

Par ailleurs, la caméra rapide permet de vérifier que le socle sur lequel est encastré l'éprouvette ne bouge pas et ainsi que la déflexion mesurée correspond uniquement à celle de la plaque (figures 4.25 et 4.26). L'image 4.26 nous renseigne aussi sur la profondeur de pénétration de l'impacteur dans le revêtement en polyuréthane de 8 mm d'épaisseur. L'impacteur pénètre le revêtement de 5,5 mm. Cela signifie que le renfort mécanique sous le polyuréthane ne voit pas le choc. Cela est confirmé en découpant l'éprouvette à l'endroit de l'impact (figure 4.27). En effet, aucune trace d'endommagement n'est visible.



(a) Avant l'impact

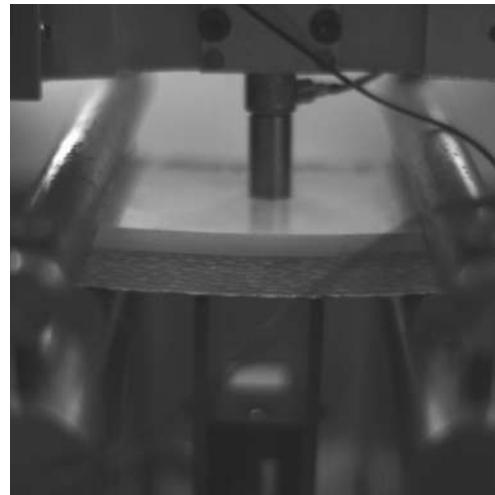


(b) Impact au point de pénétration maximum

FIGURE 4.25 – Images issues de la caméra rapide sur une plaque monolithique



(a) Avant l'impact



(b) Impact au point de pénétration maximum

FIGURE 4.26 – Images issues de la caméra rapide sur une plaque revêtue de polyuréthane

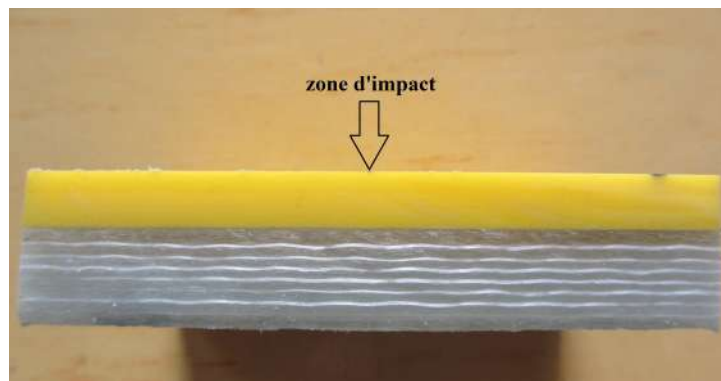


FIGURE 4.27 – Tranche de l'éprouvette revêtue de polyuréthane après un impact

Endommagement

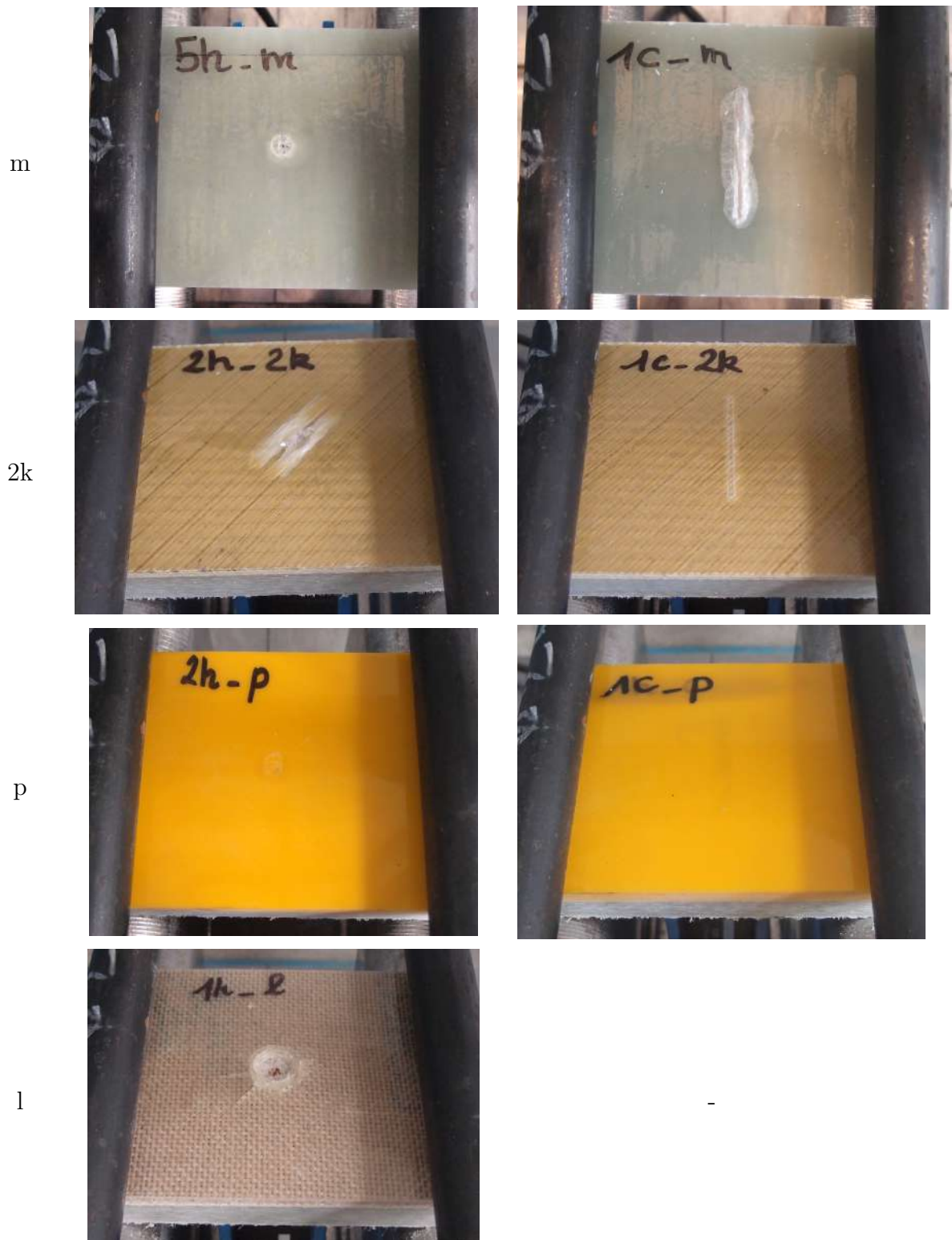
La figure 4.28 montre les éprouvettes après les essais d'impact. Les endommagements sont clairement visibles sauf pour les éprouvettes revêtues de polyuréthane (p) où la marque de l'impact est superficielle.

Sur le monolithique (m), l'endommagement est plus marqué lors de l'impact avec la forme saillante qu'avec la forme hémisphérique qui reste localisé.

Il s'agit de l'observation inverse pour les éprouvettes revêtues de kevlar (k). Cela s'explique par la présence des fibres de kevlar en surface à 45° . Dans le cas de l'impact hémisphérique, l'endommagement suit le sens des fibres. Il apparait donc de la décohésion entre les fibres et la matrice. Pour l'impact avec une forme saillante, seule la marque de l'impacteur est visible.

L'impact hémisphérique sur la plaque revêtue de liège est très dommageable pour l'éprouvette. Il s'agit de l'endommagement le plus important parmi tous les essais réalisés. Par ailleurs, l'impact a provoqué des fissurations de la couche de résine présente en surface, ce qui montre le comportement fragile de la résine, caractéristique des thermodurcissables.

Finalement, en ce qui concerne l'endommagement le polyuréthane est la meilleure solution puisque la marque laissée par l'impact est légère par rapport aux autres solutions et pour les deux formes d'impacteur. En outre, le renfort mécanique présent sous le revêtement de polyuréthane ne montre aucun endommagement après impact (*cf.* figure 4.27).



(a) Hémisphérique

(b) Saillant

FIGURE 4.28 – Eprouvettes après impact

Multi-impacts

Une étude de multi-impacts est également menée afin d'appréhender le comportement du matériau dans le cas d'impacts successifs. Cette étude est justifiée par le fait qu'en conditions réelles, les objets aspirés par le camion tombent tous dans une même zone. Pour ce faire, l'impacteur hémisphérique est utilisé. Seules les plaques monolithiques (m) et revêtues de polyuréthane (p) sont testées étant donné qu'elles ont montré le meilleur comportement à l'impact pour ce qui est de l'endommagement.

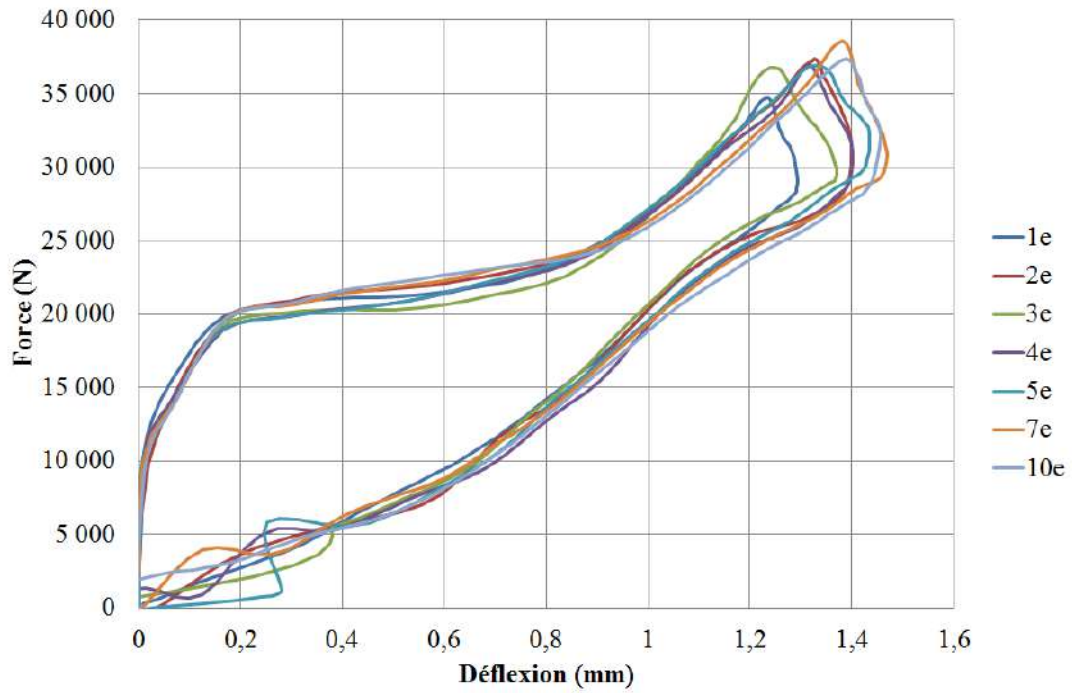
Les courbes des figures 4.29 a) et b) présentent la force en fonction de la déflexion en fonction du numéro de l'impact pour respectivement une plaque en monolithique et une plaque revêtue de polyuréthane. La vitesse d'essai n'est pas identique pour chaque impact successif ce qui explique cette homothétie entre les courbes. L'allure générale des courbes est reproduite après 10 impacts successifs, ce qui montre que l'endommagement généré par les premiers impacts permet tout de même de conserver la raideur de l'ensemble de la plaque.

Il faut noter que la déflexion est mesurée au dos de la plaque, et que l'endommagement ne se propage pas dans toute l'épaisseur de l'éprouvette puisque le dos de la plaque reste sain. En revanche, même si la mesure de la déflexion ne permet pas de se rendre compte de l'endommagement généré, la mesure de la force se verrait modifiée en cas d'endommagement sévère. Finalement, par rapport à l'épaisseur des plaques, la déflexion et la zone endommagée sont faibles.

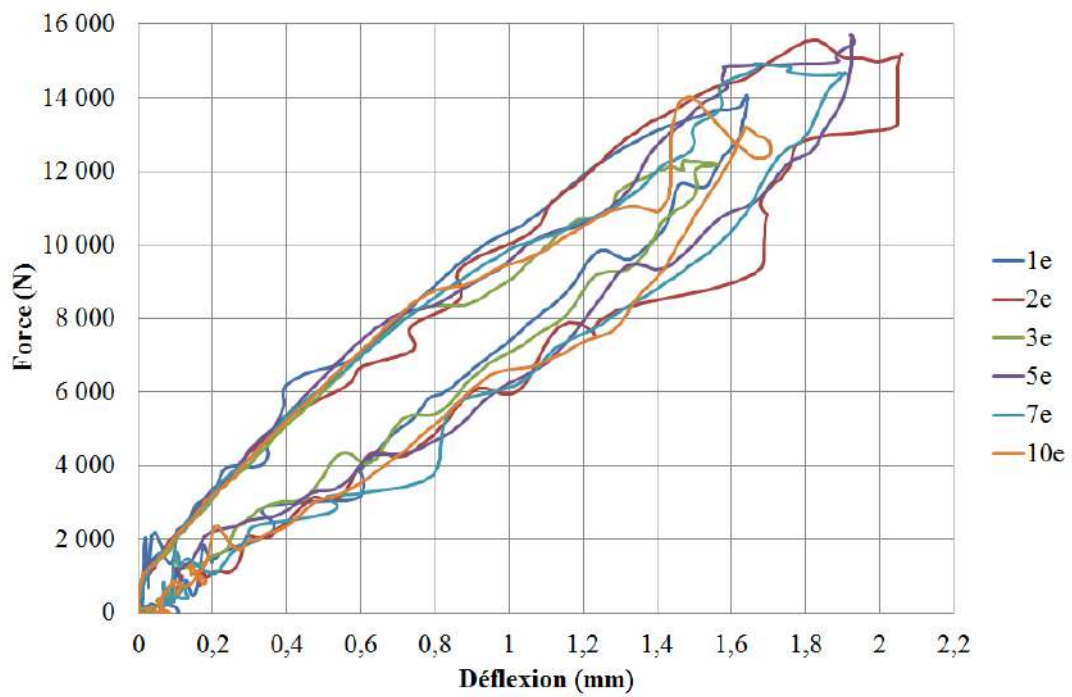
Dans l'annexe C, les photos des éprouvettes après les multi-impacts sont présentées. La progression de l'endommagement est visible sur l'éprouvette monolithique. La zone impactée blanchie avec le nombre d'impact qu'a subi la plaque. Il s'agit de délaminage entre les plis à l'intérieur du matériau sous la zone d'impact (*cf.* partie 1.5.3). Chaque impact augmente la taille de la zone délaminée. Cependant, l'endommagement reste faible puisque les courbes de la figure 4.29 a) se superposent.

En ce qui concerne la plaque revêtue de polyuréthane, l'endommagement reste localisé à la zone de contact entre l'impacteur et la plaque. Elle est de plus en plus marquée avec le nombre d'impact grandissant mais reste superficielle contrairement à la plaque sans revêtement.

Finalement, le polyuréthane montre un meilleur comportement aux multi-impacts que le monolithique puisque l'endommagement reste localisé dans le revêtement.



(a) Monolithique



(b) Polyuréthane

FIGURE 4.29 – Force en fonction de la déflexion : multi-impacts

Energie d'absorption

L'énergie d'absorption est un paramètre permettant de mesurer le facteur amortissant d'un matériau. Elle est utilisée à titre de comparaison puisque le matériau en dehors d'absorber l'énergie du choc en s'endommageant, il sert aussi de socle pour diffuser de l'énergie vibratoire qui dépend entre eux des conditions aux limites. Ce dernier type d'énergie est difficile à quantifier. Cependant, en considérant ici que les conditions aux limites sont identiques pour toutes les solutions testées, les valeurs mesurées de l'énergie d'absorption sont comparées pour appréhender l'endommagement tout en le confrontant aux observations macroscopiques.

L'énergie d'absorption correspond à l'aire de la courbe de force en fonction de la déflexion [Silva de Vasconcellos, 2013]. Dans notre cas, la déflexion est très faible par rapport à l'épaisseur de la plaque (environ 10%) et les courbes de force en fonction de la déflexion ne sont donc pas exploitables. L'énergie absorbée est donc calculée par le biais des énergies cinétiques.

L'énergie absorbée E_a correspond à la différence des énergies cinétiques. Elle s'exprime selon l'équation 4.7 où v_{imp} est la vitesse d'impact, v_{reb} la vitesse de rebond et m la masse de l'impacteur.

$$E_a = \frac{1}{2}mv_{imp}^2 - \frac{1}{2}mv_{reb}^2 \quad (4.7)$$

Si cette énergie est nulle, le choc est appelé élastique puisque l'impacteur rebondit avec la même vitesse. Plus cette énergie est faible et moins le matériau a absorbé d'énergie. Cela peut permettre de quantifier l'endommagement. Cependant, cette énergie absorbée représente aussi d'autres mécanismes liés aux conditions aux limites par exemple. Les mesures des vitesses d'impact et de rebond ainsi que de l'énergie d'absorption sont synthétisées dans les tableaux 4.6 et 4.7 pour les impacts simples respectivement hémisphérique et saillant.

Abréviation	v_{imp} (m/s)	v_{reb} (m/s)	E_a (J)
m	7,34	4,92	29,72
1k	7,29	4,81	30,03
2k	7,32	4,65	31,95
3k	7,41	4,92	30,70
p	7,22	4,51	31,85
l	7,41	3,17	44,91

TABLEAU 4.6 – Vitesses d'impact et de rebond et énergies d'absorption dans le cas d'impact hémisphérique

Abréviation	v_{imp} (m/s)	v_{reb} (m/s)	E_a (J)
m	7,56	2,78	49,43
1k	7,41	5,34	26,47
2k	7,53	4,63	35,18
3k	7,52	4,59	35,44
p	7,50	4,65	34,63

TABLEAU 4.7 – Vitesses d’impact et de rebond et énergies d’absorption dans le cas d’impact avec un embout saillant

L’énergie d’absorption pour un impact hémisphérique est équivalente pour toutes les solutions sauf pour le liège qui présente une énergie supérieure de 50% par rapport aux autres plaques. La vitesse de rebond de l’impacteur est plus faible. La plaque revêtue de liège montre en effet un endommagement plus important que les autres solutions (*cf.* figure 4.28).

En revanche pour l’impact avec la forme saillante, l’énergie absorbée par la plaque monolithique est supérieure aux autres d’environ 50%. En effet, avec ce type d’embout le monolithique montre un endommagement plus prononcé en surface que lors d’un impact hémisphérique.

Concernant les multi-impacts avec l’embout hémisphérique, l’énergie d’absorption n’est pas modifiée au bout de 10 impacts que ce soit pour le monolithique (m) ou le polyuréthane (p) (tableau 4.8). Ceci est cohérent avec le fait que les courbes de la force en fonction de la déflexion pour la fatigue d’impact se superposent (*cf.* figures 4.29 a) et b)).

Le polyuréthane montre des énergies plus élevées que le monolithique mais il ne faut pas oublier qu’elles dépendent de la vitesse d’impact qui n’est pas constante ($7,32 \pm 0,30$ m/s).

Numéro de l’impact	E_a (J) monolithique	E_a (J) polyuréthane
1	32,03	33,82
2	32,66	43,69
3	34,60	34,33
5	32,63	42,88
7	34,82	42,81
10	34,17	37,29
moyenne	$33,46 \pm 1,08$	$39,13 \pm 4,54$

TABLEAU 4.8 – Énergies d’absorption dans le cas des multi-impacts

Finalement, de la même façon que l'étude précédente sur l'endommagement, le polyuréthane montre aussi de bonnes propriétés en ce qui concerne l'énergie d'absorption puisqu'elle est l'une des plus faible pour les deux formes d'impacteur.

4.2.1.2 Compression après impact

L'essai de compression après impact permet d'évaluer les propriétés résiduelles du matériau après l'impact (*cf.* paragraphe 1.5.3.5). En revanche, ces propriétés ne sont valables que pour cette proportion entre surface endommagée et dimensions de l'éprouvette et ne sont donc pas transposable à d'autres dimensions d'éprouvettes.

Les essais de compression après impact sont conduits seulement sur des éprouvettes monolithique. Cette étude permet d'appréhender les propriétés résiduelles du matériau de la citerne dans le cas où un impact aurait lieu en dehors de la zone protégé par un revêtement et de montrer l'importance d'intégrer un revêtement lors de la fabrication de la citerne.

La machine d'essai utilisée est la Zwick 100 kN. Seule une étude dans le domaine élastique est menée puisque les capacités de la machine ne permettent pas de rompre les éprouvettes. L'éprouvette est placée dans un dispositif anti-flambement (figure 4.30).



FIGURE 4.30 – Montage de compression après impact

Les courbes de force en fonction de l'écrasement pour différents types d'impact sont présentées sur la figure 4.31. L'effort est présenté en valeur absolue pour simplifier la lecture des courbes. Les pentes des courbes sont extraites afin de déterminer le module de compression de chaque éprouvette. Le début des courbes est éliminé puisqu'il s'agit

d'une accommodation de l'éprouvette, jusqu'à ce que toute la surface de l'éprouvette voie le chargement s'y appliquer. En effet, les bords ne sont pas strictement parallèles.

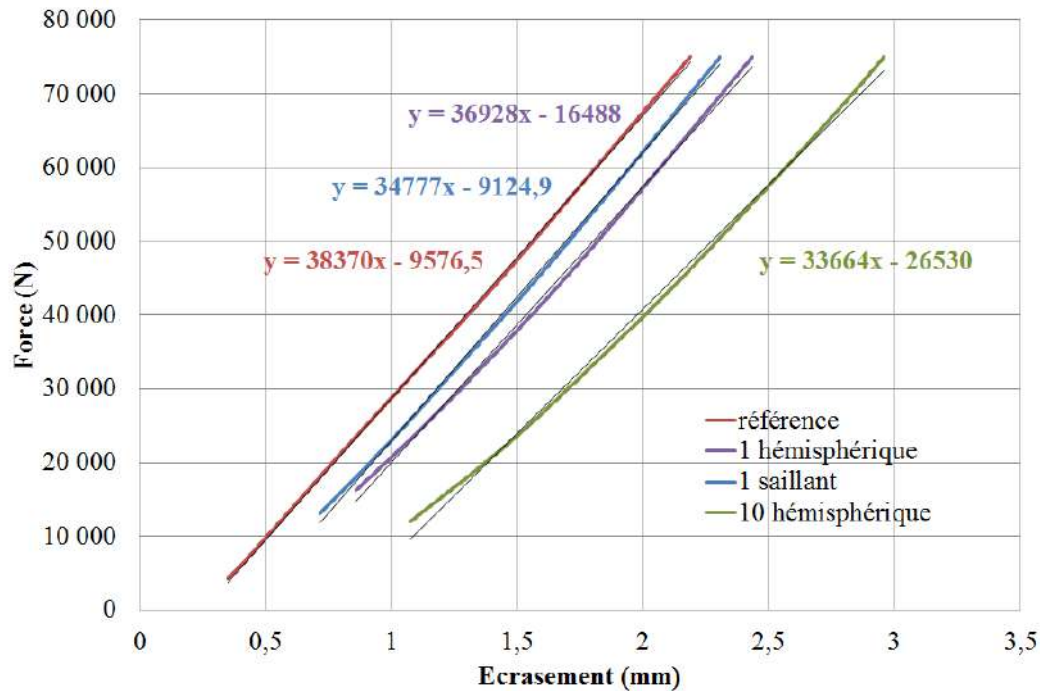


FIGURE 4.31 – Force en fonction de l'écrasement après différents types d'impact

Le module de compression E est déterminé *via* la formule 4.8 avec F la force, y l'écrasement, l la longueur, b la largeur et h l'épaisseur.

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{F l}{b h y} \quad (4.8)$$

Le rapport F/y correspond à la pente des courbes de la figure 4.31.

Le tableau 4.9 synthétise pour chaque essai de compression la perte de module générée par un type d'impact particulier en fonction d'une éprouvette de référence non impactée. L'impact avec une forme hémisphérique est moins sévère que celui avec une forme saillante, pour ce qui est du module de compression. Cet aspect est cohérent avec l'endommagement macroscopique qui est moins développé dans le cas de l'hémisphérique.

En outre, la perte de module n'est pas proportionnelle au nombre d'impacts. En effet, la perte de raideur pour 10 impacts de forme hémisphérique revient à moins du double de celle pour un impact simple.

Nombre et types d'impact	Perte sur le module de compression (%)
1 hémisphérique	9
1 saillant	14
10 hémisphérique	16

TABLEAU 4.9 – Perte sur le module de compression après différents types d'impact

4.2.1.3 Conclusion sur l'impact

Finalement, la comparaison des solutions revêtues avec le monolithique est difficile puisque le renfort mécanique est différent et seule la plaque monolithique présente une courbure. En revanche, parmi les solutions revêtues, le polyuréthane présente les meilleures propriétés. Son énergie d'absorption est l'une des plus faible parmi toutes les solutions envisagées. L'endommagement de la plaque revêtue de polyuréthane est seulement localisé en surface au niveau de l'impact et n'atteint pas la plaque en profondeur. La découpe d'une éprouvette impactée à l'endroit de l'impact a permis de vérifier cet aspect. Les images prises avec la caméra rapide montrent également que l'impacteur n'atteint pas le renfort mécanique mais ne pénètre que dans le revêtement en polyuréthane. Cet aspect est donc rassurant pour une bonne protection du matériau composite de la citerne avec un revêtement en polyuréthane de 8 mm d'épaisseur.

Un renforcement de la citerne localement est nécessaire étant donné les pertes sur le module de compression induit par des impacts. Ce bouclier permettra ainsi d'augmenter la durée de vie de la citerne en évitant de créer un dommage sur le composite et de ce fait des infiltrations d'eau, ce qui limitera les interventions de réparation.

4.2.2 Usure

Les essais d'usure sont conduits sur le composite de type C. Il s'agit d'un matériau réalisé par enroulement filamentaire d'épaisseur 7,7 mm et de diamètre intérieur 200 mm (*cf.* partie 2.2.3). Les essais sont également menés sur l'acier utilisé dans les citernes actuelles permettant ainsi une comparaison.

L'objectif est d'appréhender les effets de l'usure sur le matériau composite verre/vinylester et de l'utilité d'une couche anti-corrosion. Pour cela, trois études sont réalisées sur le matériau composite :

- étude de la perte de matière par des mesures de profondeur d'usure ;
- étude de l'état de surface par des mesures de rugosité ;
- étude du comportement mécanique par des essais de flexion 3 points.

4.2.2.1 Essais d'usure

Le protocole des essais d'usure est présenté dans le paragraphe 2.3.7. Les essais sont sous-traités au Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB) de Nantes. Il s'agit de faire basculer un tube, dans lequel sont positionnés un abrasif et de l'eau, pendant un nombre de cycles précis. L'abrasif use la surface intérieure du tube.

Afin d'étudier la perte de matière générée par l'essai d'usure, des mesures de profondeur d'usure sont réalisées. Pour cela, l'épaisseur de l'éprouvette est mesurée avant et après l'essai afin de déterminer la profondeur d'usure Δz par différence des deux (figure 4.32). L'épaisseur est mesurée tous les 10 mm sur une longueur de 700 mm. La profondeur d'usure est donc une moyenne par rapport à ces différentes mesures. Le tableau 4.10 répertorie les valeurs de profondeur d'usure en fonction de l'essai et du matériau utilisé en sachant que dans chaque cas, deux essais sont réalisés sauf dans le cas de l'acier et pour les essais avec le corindon où un seul tube est testé.



FIGURE 4.32 – Mesure de l'épaisseur

Nombre de cycles d'usure	Abrasif	Δz composite (mm)	Δz acier (mm)
100 000	gravier	$0,08 \pm 0,04$	$0,03 \pm 0,01$
200 000		$0,20 \pm 0,08$	-
100 000	corindon	$2,61 \pm 0,77$	$0,13 \pm 0,03$

TABLEAU 4.10 – Profondeur d'usure sur le composite et l'acier en fonction du nombre de cycles et de l'abrasif

De manière générale, le composite est plus sensible à l'usure que l'acier. Avec le corindon, cet aspect est très marqué où la profondeur d'usure du composite est 20 fois supérieure à celle de l'acier. En effet, le composite étudié a une dureté Shore D de 73, soit une dureté Vickers de 18 tandis que l'acier a une dureté Vickers de 130 (donnée du fabricant). L'acier étant 7 fois plus dur que le composite, il sera donc moins sensible à l'usure pour un même type d'abrasif.

Les figures 4.33 et 4.34 présentent le profil des profondeurs d'usure sur la longueur du tube pour respectivement l'essai avec le gravier et avec le corindon. Pour des profondeurs d'usure faibles, le profil montre une faible dispersion. En revanche, pour l'usure sur le composite avec le corindon, le profil est dispersé et en forme de cloche. L'usure est donc plus prononcée au centre de l'éprouvette. L'abrasif circule plus souvent au centre qu'aux bords de l'éprouvette. En effet, l'essai du cadre basculant ne permet pas de déplacer tout l'abrasif de part et d'autre de l'éprouvette. L'angle de bascule n'est pas suffisant et la fréquence est trop élevée pour le permettre.

Concernant la dispersion, il apparaît en effet des creux visibles macroscopiquement (figure 4.35). Les fibres de la couche axiale présentent sous les couches de mat apparaissent.

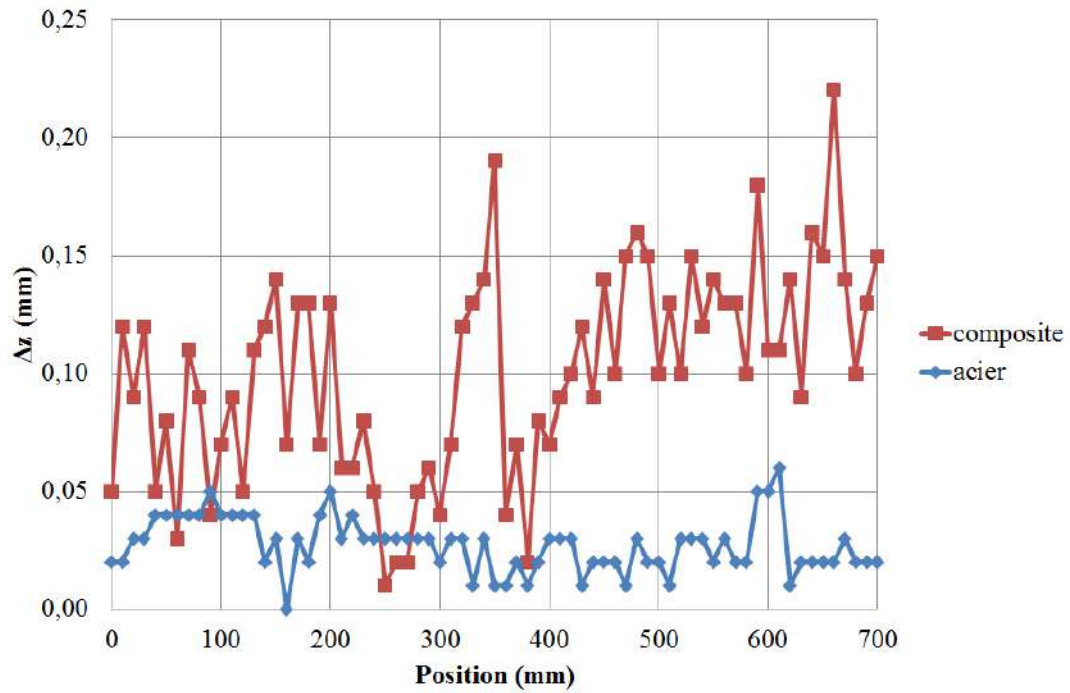


FIGURE 4.33 – Profondeur d'usure en fonction de la position sur le composite et l'acier usés avec du gravier pendant 10^5 cycles

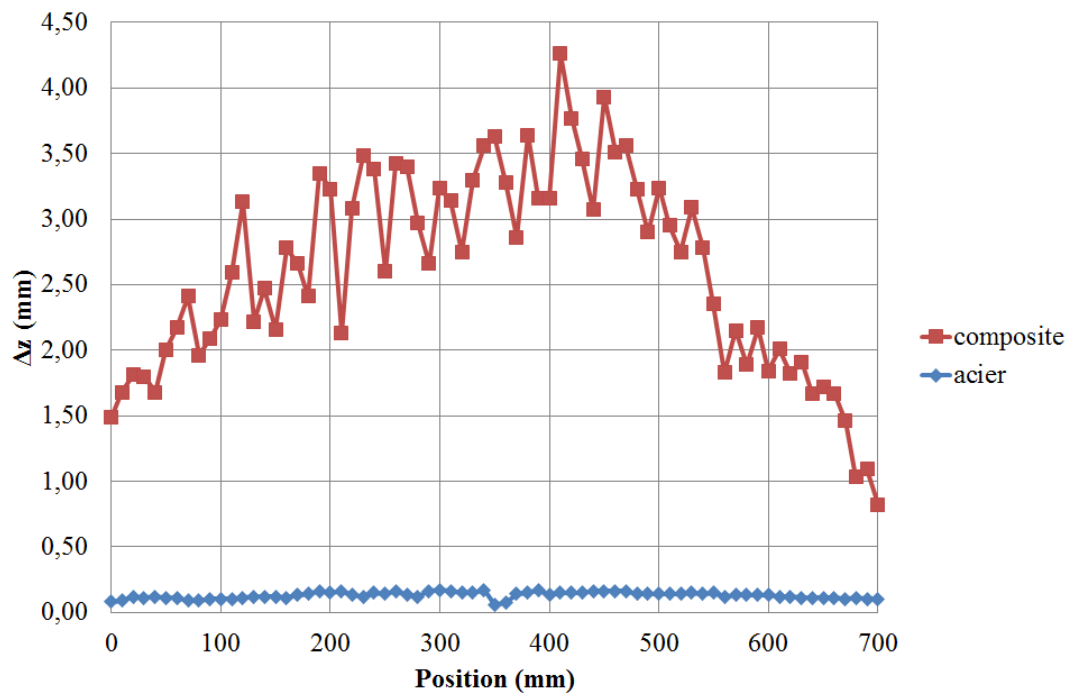
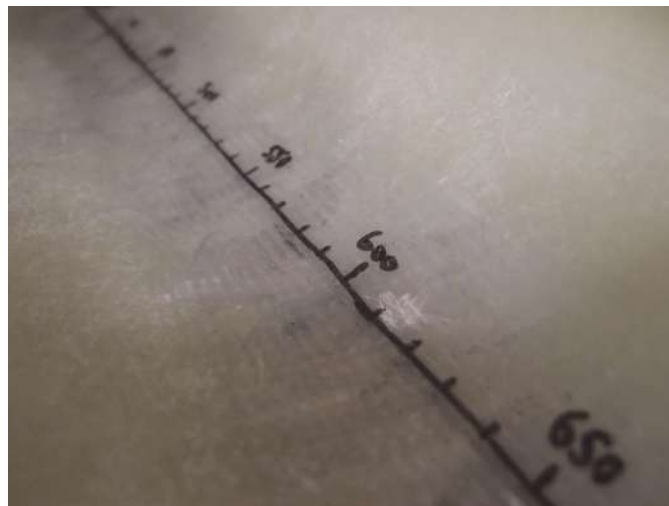


FIGURE 4.34 – Profondeur d'usure en fonction de la position sur le composite et l'acier usés avec du corindon pendant 10^5 cycles

FIGURE 4.35 – Zone usée du composite après l’essai avec du corindon pendant 10^5 cycles

Il faut noter que le gravier possède une surface émoussée tandis que le corindon est plus pointu. En outre, le corindon a une dureté de 9 sur l’échelle de Mohs tandis que celle du gravier vaut 5. Ces deux aspects font que le corindon est un matériau plus abrasif que le gravier et va donc générer une usure plus importante [Lepesant, 2013] et plus rapidement. Afin d’appréhender la vitesse d’usure du matériau composite, la loi d’Archard [Archard, 1953] [Felder et Montmitonnet, 2015] est utilisée. Elle s’exprime suivant la relation 4.9.

$$k = \frac{\Delta z}{pL} \quad (4.9)$$

avec k la vitesse d’usure, Δz la profondeur d’usure, p la pression d’usure et L la longueur d’usure. La pression d’usure correspond à la force sur la surface de contact et longueur d’usure à la longueur du tube par le nombre de cycles d’essai. La vitesse d’usure est calculée en faisant l’hypothèse que seul le composite s’use (tableau 4.11). La vitesse d’usure est 3 fois plus importante pour le composite que pour l’acier lorsque l’abrasif est le gravier. Cependant, elle est 20 fois plus grande lorsqu’il s’agit du corindon.

Abrasif	k composite (MPa^{-1})	k acier (MPa^{-1})
gravier	5,73E-06	1,97E-06
corindon	1,66E-04	8,54E-06

TABLEAU 4.11 – Vitesse d’usure du composite et de l’acier en fonction de l’abrasif

L’annexe D présente des images du corindon avant et après usure. Les échantillons de corindon sont légèrement émoussés après usure en plus d’un changement de couleur. En effet, lors d’un essai d’usure, deux corps sont en contact et ils peuvent donc tous deux

présenter de l'usure. En revanche, dans notre cas, l'usure de l'abrasif est négligé puisqu'il a une dureté plus importante que les tubes.

4.2.2.2 Rugosité

Maintenant que l'étude sur la perte de matière est présentée, il s'agit ici d'appréhender l'état de surface du matériau suite aux essais d'usure. Pour cela, des mesures de rugosité sont effectuées, qui permettent d'évaluer la matière à une échelle plus locale, contrairement à la profondeur d'usure qui était une étude à l'échelle macroscopique.

La rugosité des échantillons est mesurée avant et après les essais d'usure avec un rugosimètre portatif (figure 4.36) sur la même ligne de mesure que la profondeur d'usure. 3 mesures sont réalisées tous les 50 mm sur une longueur de 700 mm, soit 45 mesures de rugosité sur un même tube. Pour cela, la norme NF EN ISO 4288 [NF EN ISO 4288, 1998] est considérée. Elle propose un choix de la longueur d'onde de coupure L_c en fonction de la rugosité attendue. La longueur d'onde de coupure vaut le cinquième de la longueur totale d'évaluation, c'est-à-dire la longueur sur laquelle la rugosité est mesurée ou sur laquelle le palpeur se déplace. La rugosité est en fait une moyenne de 5 mesures.

Le filtre utilisé est $L_c = 0,8$ mm puisque la rugosité attendue est comprise entre 0,1 et 2 μm . Les mesures finales sont données dans le tableau 4.12. Dans le cas du gravier, les mesures sont moyennées sur deux tubes tandis que pour le corindon, un seul tube est testé.



FIGURE 4.36 – Rugosimètre

Nombre de cycles d'usure	Abrasif	R_a composite (μm)
0	-	$0,47 \pm 0,29$
100 000	gravier	$0,75 \pm 0,20$
200 000		$0,57 \pm 0,18$
100 000	corindon	$0,92 \pm 0,89$

TABLEAU 4.12 – Rugosité du composite en fonction du nombre de cycles et de l'abrasif

La tendance générale indique que l'usure augmente la rugosité du matériau. Dans le cas du gravier, la rugosité est plus élevée pour 10^5 cycles que pour $2 \cdot 10^5$ cycles. Le gravier aurait dans un premier temps créé des cavités puis les aurait lissés dans un second temps.

Ce phénomène semble montrer une limite de capacité d'usure du gravier sur le composite. Les valeurs de profondeurs d'usure obtenues dans le tableau 4.10 indiquent que l'usure a lieu seulement dans la couche de résine superficielle (figure 4.37). Il semblerait que le gravier n'est pas en capacité d'user les fibres de verre et un phénomène de nivellement se met ainsi en place.

La rugosité est plus importante pour le tube testé avec du corindon et aussi plus dispersée étant donné les profondeurs d'usure variables et donc la diversité des surfaces de mesures.

Dans le cas du corindon, la micrographie montre que la couche de mat est complètement usée et que l'usure débute dans le pli de stratification où les fibres sont orientées dans le sens axial. Il est important de noter que la tendance critique d'usure d'un composite peut être stoppée en fonction de l'orientation des fibres par rapport au sens d'usure [Schulte *et al.*, 1993]. L'usure est moins importante lorsque les fibres coïncident avec la direction d'usure. Afin de prouver cet aspect, il faudrait réaliser des essais à différents nombres de cycles.

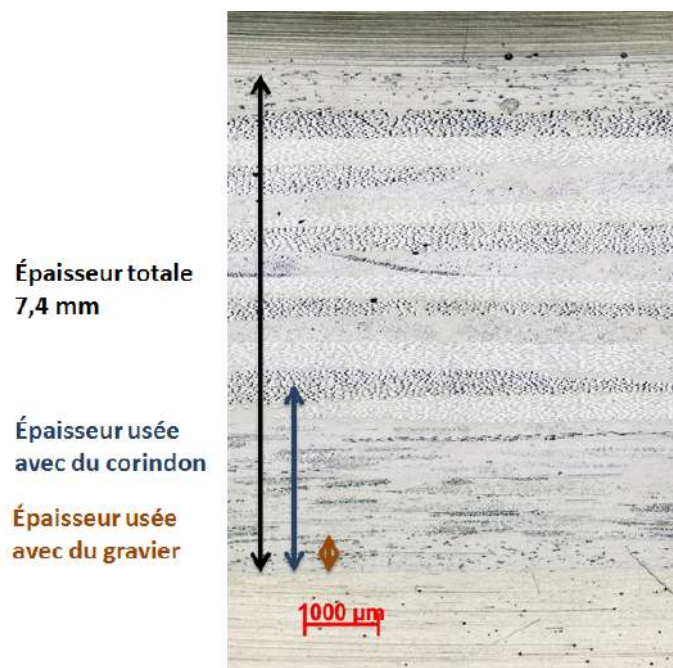


FIGURE 4.37 – Micrographie avec comparaison des épaisseurs d'usure

L'effet du troisième corps est écarté puisque la présence d'eau lors des essais ainsi que le fait que le gravier et le corindon soient des corps discontinus, génère un brassage qui éviterait sa formation.

4.2.2.3 Flexion 3 points

Afin d'appréhender la tenue mécanique du matériau usé, des essais de flexion 3 points sont menés. Pour cela des éprouvettes sont découpées dans les tubes suivant la norme NF T51 120-3 [NF T51 120-3, 1995]. L'objectif est de solliciter la face usée en traction. Les éprouvettes seront donc placées dans le sens 2 (*cf.* figure 3.54). Le protocole expérimental est identique à celui décrit dans le paragraphe 3.6.

Pour chaque condition d'usure, 4 éprouvettes par tube peuvent être extraites. Pour l'usure avec le gravier, 8 éprouvettes sont ainsi disponibles (2 tubes pour chaque condition) et 4 dans le cas du corindon puisqu'un seul tube est testé. Les dimensions moyennes des éprouvettes pour chaque condition sont répertoriées dans le tableau 4.13.

Nombre de cycles d'usure	Abrasif	h (mm)	b (mm)
0	-	$7,5 \pm 0,2$	$19,7 \pm 0,3$
100 000	gravier	$7,2 \pm 0,2$	$19,6 \pm 0,2$
200 000		$7,1 \pm 0,1$	$19,1 \pm 0,4$
100 000	corindon	$4,8 \pm 1,2$	$19,3 \pm 0,1$

TABLEAU 4.13 – Dimensions des éprouvettes pour chaque condition d'usure

Il faut noter que pour le corindon, l'épaisseur des éprouvettes est réduite de 35% par rapport aux éprouvettes de référence, et que l'écart type est très important. En effet, si l'éprouvette est extraite aux bords ou au centre du tube, elle n'a pas la même épaisseur ni la même variation d'épaisseur. La figure 4.38 montre la tranche des éprouvettes extraites du tube usé avec le corindon. Les éprouvettes A et D sont extraites des bords tandis que les éprouvettes B et C sont issues du milieu du tube où l'usure est la plus importante. Les éprouvettes B et C présentent un profil très irrégulier et donc une forte variation d'épaisseur (de 3,2 à 5,5 mm). Cela est moins visible sur les éprouvettes A et D mais la variation d'épaisseur est également importante même si elle est moins irrégulière (de 4,4 à 6,2 mm). La conséquence de ces variations est analysée par la suite.

Par ailleurs, les faces des éprouvettes ne sont pas parallèles (figure 4.39), ce qui induit également une incertitude sur la largeur. Le parallélisme est difficile à obtenir en partant d'un tube de si faible diamètre ($d_i = 200$ mm). Pour rendre les faces parallèles, un usinage par fraisage a provoqué un fort endommagement, ce qui nous a conduit à abandonner cette piste.

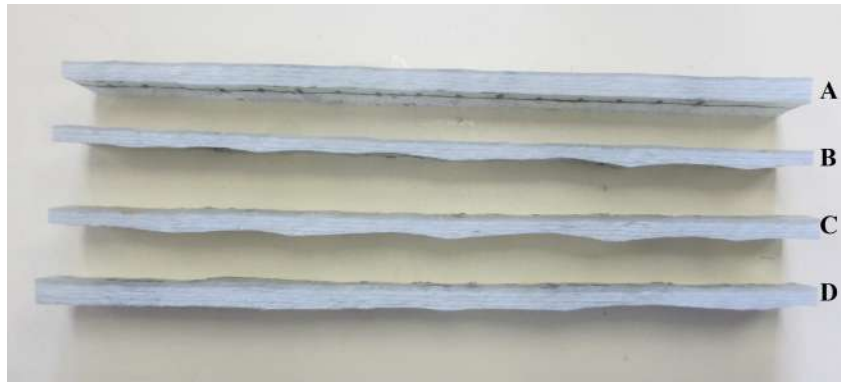


FIGURE 4.38 – Profil des éprouvettes extraites du tube usé avec le corindon

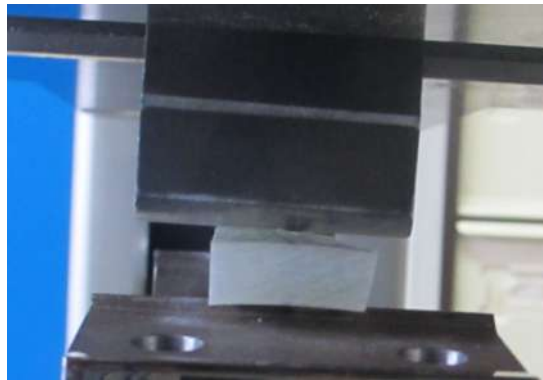


FIGURE 4.39 – Vue de l'éprouvette sur la tranche lors de l'essai : faces non parallèles

Les courbes de la figure 4.40 présentent la contrainte en fonction de la déformation pour des éprouvettes représentatives de chaque condition d'usure. Etant donnée la différence d'épaisseur entre les éprouvettes de référence ou celles issues de tube usé avec le gravier et celles associées au corindon, les courbes ne partent pas du même point puisqu'une précharge de 50N est réalisée pour chaque éprouvette.

Les courbes d'essai sont similaires pour l'éprouvette de référence et celles associées au gravier. Le tableau 4.14 résume les résultats d'essai pour l'usure avec le gravier. Les valeurs sont semblables étant donné les écarts types. Une légère augmentation du module est observable avec l'usure (environ 10%). Cela peut être dû au fait que de la résine présente sur la surface intérieure du tube soit éliminée lors de l'usure et qu'ainsi le module ait augmenté.

Nombre de cycles d'usure	E (GPa)	ϵ_r (%)	σ_r (MPa)
0	$7,62 \pm 0,39$	$2,46 \pm 0,24$	172 ± 16
100 000	$7,89 \pm 0,61$	$2,06 \pm 0,24$	154 ± 13
200 000	$8,31 \pm 0,33$	$2,37 \pm 0,27$	178 ± 21

TABLEAU 4.14 – Résultats des essais de flexion 3 points : usure avec du gravier

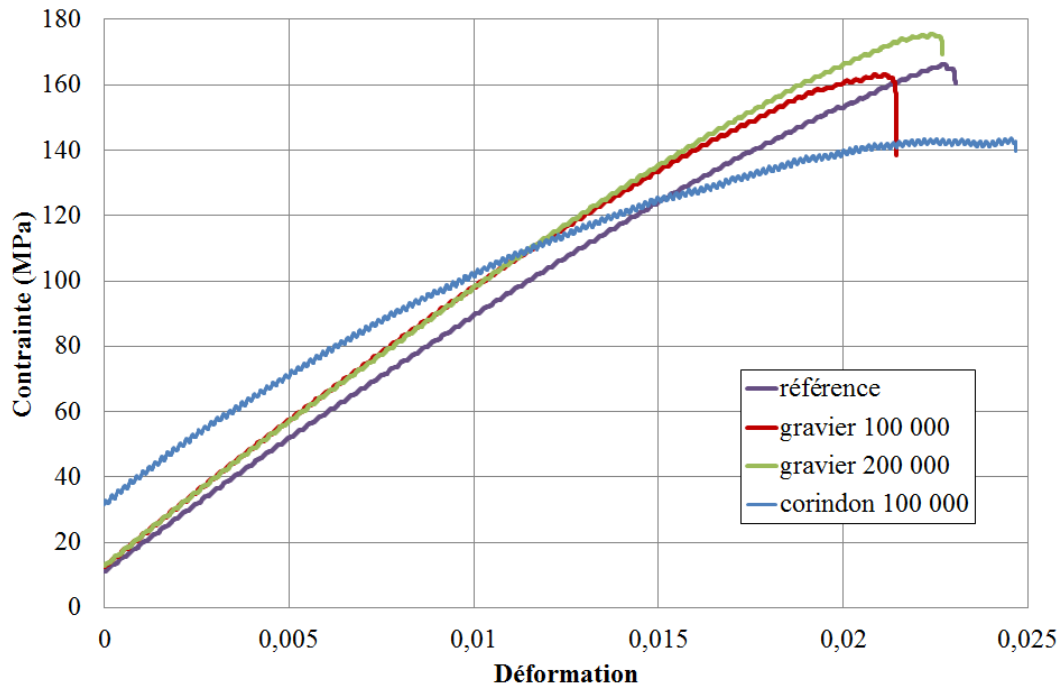


FIGURE 4.40 – Contrainte en fonction de la déformation pour différents types d'usure

Concernant l'usure avec le corindon, la détermination des propriétés est plus problématique pour deux raisons principales :

- les variations d'épaisseur sur les éprouvettes (figures 4.38 et 4.41) ;
- la non rupture totale des éprouvettes après essai.

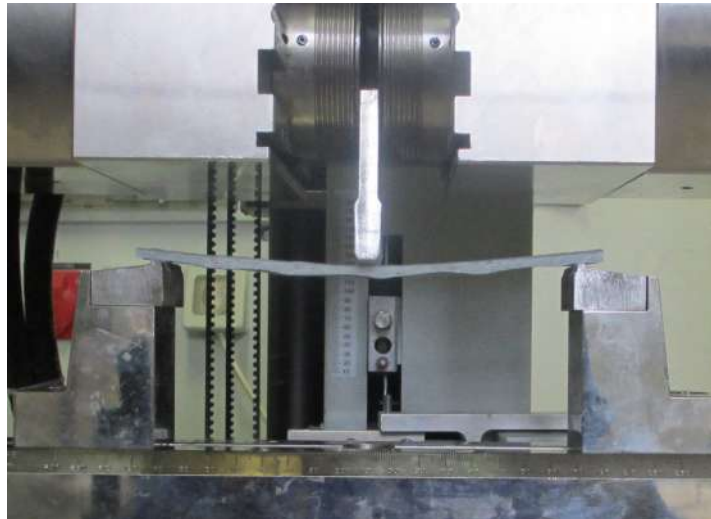


FIGURE 4.41 – Essai de flexion 3 points avec une éprouvette usée avec du corindon

Vis-à-vis de la première raison, l'objectif est d'obtenir un intervalle possible des propriétés en fonction des valeurs extrêmes d'épaisseur pour chaque éprouvette A, B, C et D. De ce fait, le module, la contrainte à rupture et la déformation maximale sont calculés

en prenant l'épaisseur maximale obtenue sur une éprouvette h_{max} puis en prenant son épaisseur minimale h_{min} (tableau 4.15). La procédure est également réalisée en prenant comme épaisseur la moyenne entre h_{max} et h_{min} , notée h_{moy} .

Epaisseur	E (GPa)	ϵ_r (%)	σ_r (MPa)
h_{max}	$4,40 \pm 1,35$	$3,51 \pm 0,08$	116 ± 39
h_{min}	$15,09 \pm 0,92$	$2,35 \pm 0,08$	261 ± 41
h_{moy}	$7,56 \pm 1,49$	$2,93 \pm 0,78$	166 ± 44

TABLEAU 4.15 – Résultats des essais de flexion 3 points : usure avec le corindon

Le module passe du simple à plus du triple en fonction de l'épaisseur choisie pour l'éprouvette. La déformation à rupture voit sa valeur varier de 30%, et la contrainte à rupture passe du simple au double. Ces écarts importants sur les résultats nous montrent la difficulté de conclure dans le cas extrême de l'usure par le corindon.

En revanche, en considérant une épaisseur moyenne, les propriétés mécaniques sont semblables à celles du tableau 4.14. Cela nous permettrait de déduire que les propriétés ne sont pas affectées par l'usure avec le corindon.

La seconde raison indique que les valeurs à rupture déterminées sont sous-estimées vu que l'essai est interrompu avant la rupture totale. Les essais n'ont pas pu être menés jusqu'à rupture puisque la flèche atteignait la valeur maximale admissible par le dispositif et que l'éprouvette commençait à glisser des appuis. La figure 4.42 présente la rupture par flexion d'une éprouvette usée avec du corindon et d'une de référence. Sur l'éprouvette de référence, c'est-à-dire non usée, la rupture en traction est nette tandis que pour l'éprouvette usée avec le corindon des bandes blanches apparaissent comme si une rupture en cisaillement avait lieu. En effet, une éprouvette dont les plis sont orientés à $\pm 45^\circ$ présente le même type d'endommagement.

La non-rupture des éprouvettes peut être aussi due à la présence d'eau qui plastifie le matériau, ce qui a pour conséquence d'augmenter la flèche. Cela rejoint l'étude en vieillissement présentée dans la prochaine section.

Finalement, malgré la perte de matière due à l'usure, les propriétés mécaniques sont maintenues. Dès lors que la couche de mat est altérée par l'usure, avec le corindon notamment, la détermination des propriétés est plus complexe puisque le matériau ne présente plus une épaisseur uniforme.

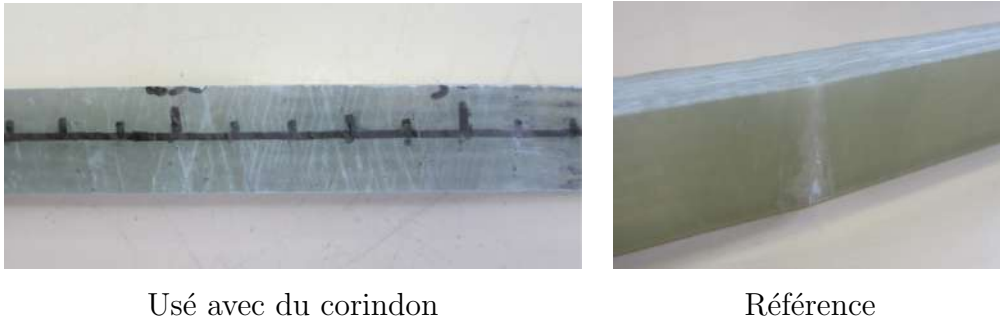


FIGURE 4.42 – Rupture des éprouvettes après un essai de flexion 3 points

4.2.2.4 Conclusion sur l'usure

Les essais d'usure montrent qu'en fonction de l'abrasif choisi, le comportement du matériau composite est très différent. En effet, la dureté de l'abrasif joue un rôle essentiel. Plus celui-ci sera dur et plus la perte de matière sera importante. Par ailleurs, la dureté de l'éprouvette est également importante. En effet, l'acier montre une usure moins prononcée que le composite puisqu'il présente une dureté plus importante.

La mesure de la rugosité nous informe sur l'état de surface du matériau. Le matériau composite semble montrer une limite de capacité d'usure avec le gravier. Le gravier ne serait pas assez dur pour user les fibres de verre et se limiterait à la couche de résine superficielle. A l'inverse le corindon qui est très dur est en mesure d'user les fibres de verre et génère ainsi un état de surface très irrégulier.

L'étude du comportement mécanique n'a pas montré d'affaiblissement des propriétés mécaniques du matériau que l'usure soit faible (gravier) ou extrême (corindon).

4.3 Vieillissement

Le vieillissement du matériau est étudié puisque l'intérieur de la citerne est régulièrement en contact avec des liquides. Dans un premier temps, le vieillissement de la résine qui compose le matériau composite est étudié seule afin de découpler l'effet des constituants. Le vieillissement du composite est dans un second temps effectué.

L'objectif est d'obtenir les mécanismes de diffusion des matériaux et de les relier à des endommagements s'ils apparaissent.

4.3.1 Vieillissement de la résine vinylester

Des échantillons de résine vinylester de $30 \times 30 \times 5 \text{ mm}^3$ préalablement post-cuits à 82°C pendant au moins 13h, puis séchés à 55°C sous vide, sont placés dans les environnements de vieillissement présentés dans la section 2.3.6. L'intérêt de la post-cuisson pour débiter une étude en vieillissement humide est présenté au préalable dans le paragraphe 3.2.1. Pour la résine vinylester une post-cuisson de 13 à 16h semble suffisante pour compléter la réticulation du matériau et ainsi le rendre stable chimiquement avant vieillissement. Le temps de séchage est variable. Les échantillons sont considérés secs dès lors que leur masse se stabilise. Généralement, il faut compter entre une et deux semaines (annexe E).

La prise en eau des échantillons est suivie au cours du temps par des pesées successives (*cf.* équation 1.6). Cela permet de déterminer les courbes de vieillissement.

Les courbes de la figure 4.43 présentent le taux de prise d'eau M_t en fonction de la racine carrée du temps pour les différentes conditions de vieillissement. Cette forme de courbe permet de s'ajuster avec l'équation 1.10. Les marqueurs correspondent aux mesures expérimentales et les traits continus au modèle fickien (*cf.* paragraphe 1.5.4.2). Cela permet de déduire que toutes les courbes sont de forme fickienne, puisque le modèle suit les points expérimentaux, et ainsi que le matériau n'est pas endommagé par le vieillissement. Cet aspect est confirmé par la suite.

La saturation est atteinte comme en témoigne les plateaux finaux sur les courbes. Le taux de prise de masse à saturation notée M_∞ et le coefficient de diffusion D sont ainsi estimés selon les relations 1.10 et 1.11.

Le tableau 4.16 donne les coefficients de diffusion D pour toutes les conditions de vieillissement étudiées. Ce dernier est dépendant uniquement de la température. Le tableau présente également les taux de saturation en eau M_∞ qui dépendent des conditions de vieillissement. Il augmente avec l'humidité relative et avec la température.

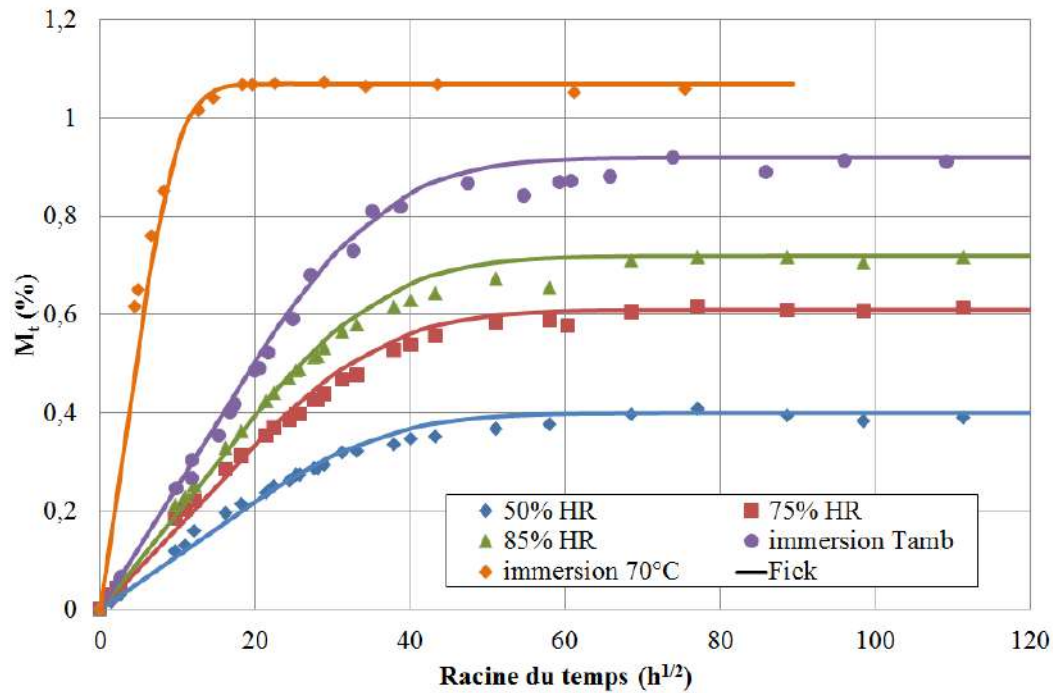


FIGURE 4.43 – Taux de prise de masse en fonction de la racine du temps pour le vinylester dans différentes conditions de vieillissement

	50% HR	75% HR	85% HR	Immersion à T_{amb}	Immersion à 70° C
$D \text{ (mm}^2/\text{s)}$	1,02E-06	0,91E-06	1,04E-06	1,08E-06	1,35E-05
$M_{\infty} \text{ (%)}$	0,38	0,59	0,68	0,87	1,07

TABLEAU 4.16 – Coefficients de diffusion et taux de saturation pour différentes conditions de vieillissement

Les courbes de vieillissement de la résine vinylester montrent toutes un comportement fickien, ce qui signifie qu’aucune réaction chimique n’a lieu entre l’eau et le matériau et qu’on peut donc retrouver les propriétés du matériau. Pour cela, un échantillon de chaque environnement de vieillissement à température ambiante est séché sous vide dans une étuve à 55°C. L’objectif est de voir s’ils retrouvent leur masse initiale avant vieillissement. La figure 4.44 présente les courbes de séchage inverse. Le taux de perte de masse est adimensionné sur la prise de masse à saturation M_{∞} de l’échantillon en question. Tous les échantillons finissent par retrouver leur masse initiale comme le taux de perte atteint –100%. Cela signifie que toute l’eau absorbée par les échantillons au cours du vieillissement, s’est évaporée au cours de ce processus de séchage. Cela prouve que les échantillons n’ont pas subi de dégradation lors du vieillissement et confirme le comportement fickien.

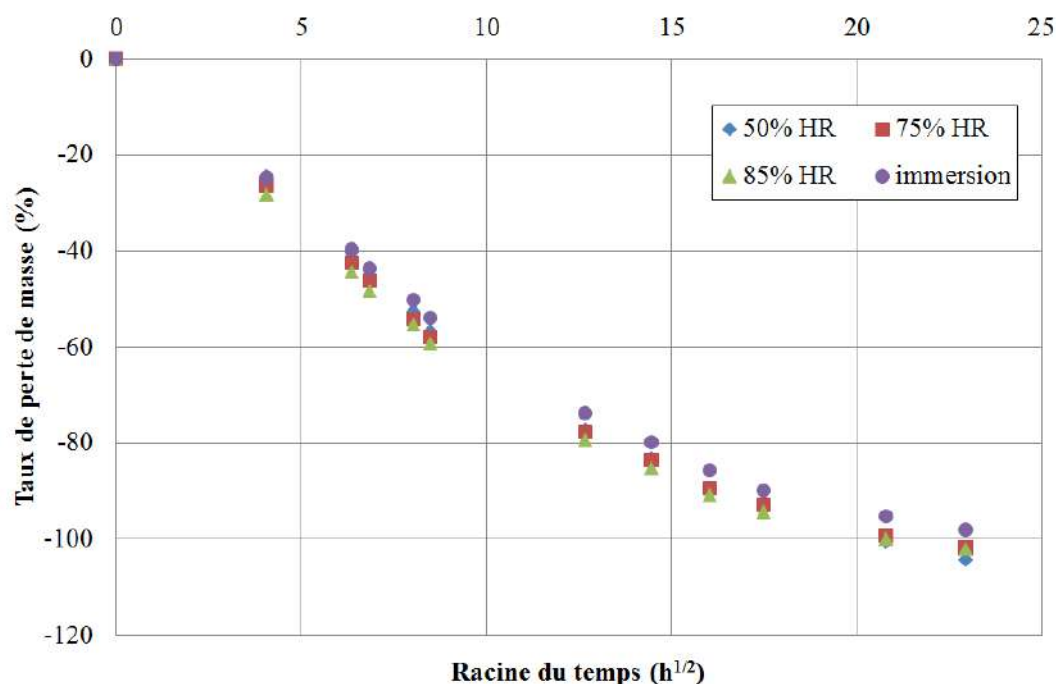


FIGURE 4.44 – Taux de perte de masse en fonction de la racine carrée du temps pour le vinylester dans différentes conditions de vieillissement

La figure 4.45 montre un échantillon de résine avant et après vieillissement en immersion dans de l'eau distillée à 70°C. C'est uniquement dans ce cas de figure qu'un jaunissement apparaît clairement. Ce phénomène est également observé par Heman [Heman, 2008]. Elle indique que ce « jaunissement peut être lié à l'apparition ou l'augmentation de groupements chromophores en extrême surface ». En revanche, elle observe l'apparition d'une couche superficielle blanchâtre sur une face de l'échantillon due à l'évaporation de styrène, ce qui n'est pas notre cas.



FIGURE 4.45 – Jaunissement de la résine après immersion dans de l'eau distillée à 70°C

L'étude du vieillissement physico-chimique de la résine vinylester est maintenant finie. L'intérêt se porte à présent sur une caractérisation chimique des phénomènes mis en jeu lors du vieillissement, notamment les modifications du réseau de la résine. Pour cela des essais de spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée (ATR pour Attenuated Total

Reflection) et des essais d'Analyse Mécanique Dynamique (DMA) sont conduits. Les deux paragraphes suivants présentent les résultats de ces essais. Le dernier paragraphe de cette partie expose le comportement mécanique de la résine avant et après vieillissement.

4.3.1.1 Essais d'ATR

L'essai de spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée (ATR) est présenté préalablement dans le paragraphe 2.3.1.

La figure 4.46 présente les bandes d'absorbance des différents groupements de la résine vinylester de référence non vieillie, et pour deux conditions de vieillissement : une en immersion à 70°C après saturation (T_{70}), et une en immersion à température ambiante après saturation (T_{amb}). Le réseau typique de la résine vinylester bisphénolique A est exposé sur la figure 4.47.

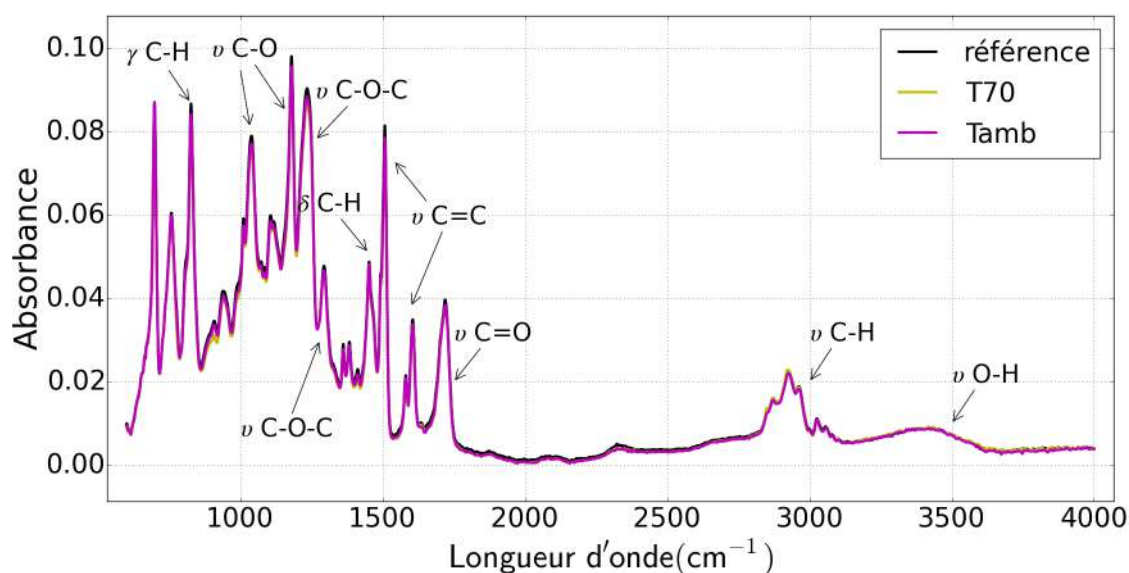


FIGURE 4.46 – Bandes d'absorbance de la résine vinylester

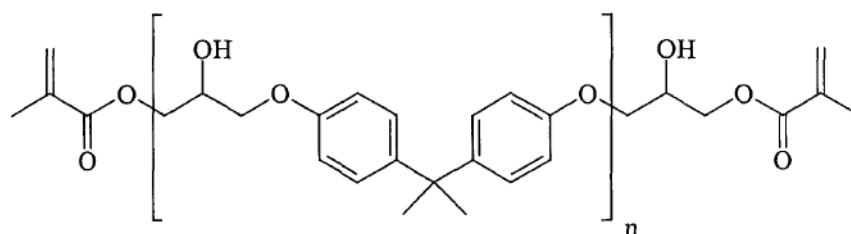


FIGURE 4.47 – Unité constitutive du réseau vinylester bisphénolique A

Les bandes d'absorbance ne sont quasiment pas modifiées entre un échantillon de référence et un vieilli. L'hydrolyse n'est pas visible. En effet, la bande ν O-H (3500 cm^{-1}) devrait voir son intensité augmenter, ce qui n'est pas le cas. Ceci s'explique par la faible prise en eau des résines vinylesters et la présence de cette bande sur l'éprouvette de référence, ce qui occulte l'effet de l'eau absorbée.

4.3.1.2 Essais de DMA

Les besoins industriels nous interrogent sur la résistance mécanique de la résine vinylester après vieillissement humide. Le principe d'un essai de DMA est présenté dans le paragraphe 2.3.2. L'objectif est de pouvoir caractériser le matériau et voir son évolution à différents stades et dans différentes conditions de vieillissement. Les essais de DMA donnent accès aux propriétés mécaniques du matériau (module) ainsi qu'aux températures de relaxations principale (T_α) et secondaires (T_γ et T_ω).

Dans ce paragraphe, la caractérisation du comportement viscoélastique de la résine vinylester est effectuée en utilisant l'appareil TA Instruments Q800. Les essais sont menées identiquement à ceux présentés dans le paragraphe 3.2.

Les figures 4.48 et 4.49 présentent des spectres thermomécaniques de E' , le module de conservation et de $\tan\delta$, la tangente de l'angle de perte.

La figure 4.48 présente les spectres thermomécaniques pour différents temps en immersion dans de l'eau à température ambiante, pendant 13 et 49 $h^{1/2}$ et à saturation pour une immersion dans de l'eau à 70°C .

La température de transition vitreuse n'évolue pas par rapport à l'éprouvette non vieillie (tableau 4.17). Le pic associé à la relaxation α présente également la même amplitude. En revanche, l'allure de la courbe de $\tan\delta$ est modifiée par le vieillissement. La relaxation secondaire ω est plus marquée avec le vieillissement à température ambiante, ainsi que le pied du pic de relaxation principale, mais elle reste identique dans le cas de l'immersion à 70°C . La relaxation γ s'intensifie avec le vieillissement et la température du milieu humide. Heman [Heman, 2008] précise que l'analyse de ces relaxations secondaires suite au vieillissement est délicate.

Généralement au cours du vieillissement, deux phénomènes peuvent se produire : plastification ou post-réticulation.

La plastification est une conséquence du vieillissement humide qui se traduit par une diminution de la température de transition vitreuse. La post-réticulation correspond au phénomène inverse. Elle a lieu lorsque le matériau n'est pas complètement réticulé avant vieillissement. Le vieillissement facilite la mobilité des chaînes de la résine et ainsi les dernières molécules de prépolymères qui n'avaient pas pu réagir vont

pouvoir se combiner. Maurin *et al.* [Maurin *et al.*, 2008] observent au cours du vieillissement ce phénomène de post-réticulation sur des résines vinylesters. Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] observent sur un système vinyvester une baisse de T_g dans les premiers temps de vieillissement suivie d'une augmentation de T_g lorsque le matériau est à saturation. Finalement, les deux phénomènes conduisent à une stabilité du matériau puisque la réticulation est complète.

Dans notre cas, la résine vinyvester ne semble montrer aucun des phénomènes puisque la température de transition vitreuse reste identique avant et après vieillissement. En effet, la post-réticulation n'a pas lieu car le matériau est complètement réticulé après 16h de post-cuisson. Dans la suite de l'étude, le phénomène de plastification apparaît.

Le module de conservation E' est quant à lui non affecté par le vieillissement. Les courbes montrent la même allure. Un écart de 100 MPa soit 2% d'écart relatif apparaît entre la courbe de l'éprouvette de référence et celle des éprouvettes vieilles à température ambiante. Cet écart est négligé de par les fluctuations expérimentales. Sawpan *et al.* [Sawpan *et al.*, 2012] ainsi que Ghorbel et Valentin [Ghorbel et Valentin, 1993] expriment les mêmes conclusions.

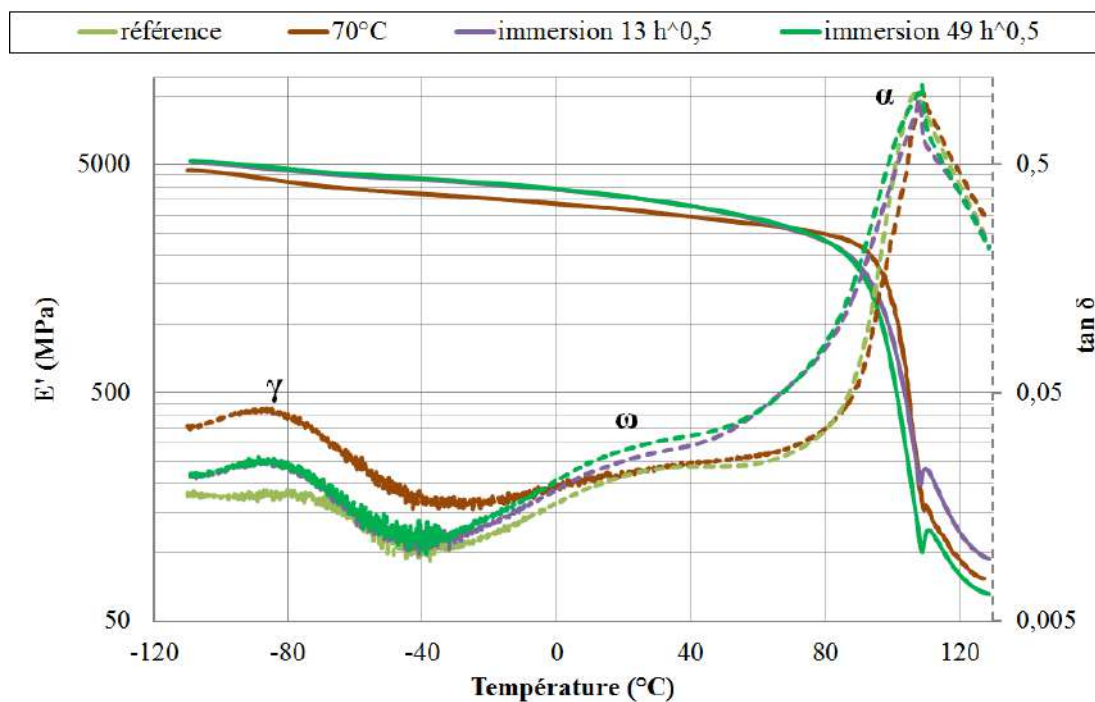


FIGURE 4.48 – Spectre thermomécanique pour différents temps d'immersion

	Post-cuit 16h	Immersion T_{amb} $13 h^{1/2}$	Immersion T_{amb} $49 h^{1/2}$	Immersion 70°C saturation
T_g (°C)	107	107	108	109

TABLEAU 4.17 – Températures de transition vitreuse pour différents temps d'immersion

La figure 4.49 a) montre le phénomène de post-réticulation. En effet, ici le matériau de référence est post-cuit seulement 13h, *i.e.* que le matériau n'est pas stable chimiquement puisqu'il n'est pas complètement réticulé vu que la courbe de $\tan\delta$ présente un double pic.

Les échantillons testés sont vieillis pendant $82\ h^{1/2}$ dans chaque condition de vieillissement à température ambiante. Dans ce cas, le matériau vieilli présente une température de transition vitreuse plus grande que le matériau de référence jusqu'à atteindre la température de transition vitreuse du matériau post-cuit 16h valant 107°C (tableau 4.18). Cela prouve que le vieillissement génère le phénomène de post-réticulation sur le matériau.

La même procédure est réalisée mais cette fois lorsque le vieillissement est plus avancé ($121\ h^{1/2}$). Le phénomène de plastification est alors visible par une diminution de la température de transition vitreuse par rapport à un temps de vieillissement de $82\ h^{1/2}$ (figure 4.49 b), ainsi que l'augmentation du pic de la relaxation γ . Ce phénomène est observable malgré un comportement fickien de la résine. La structure du polymère n'est pas modifiée mais l'hydrolyse génère cette plastification.

	Post-cuit 13h	50%	75%	85%	Immersion
$T_g\ (^{\circ}\text{C})$ pour $82\ h^{1/2}$	95	109	107	109	107
$T_g\ (^{\circ}\text{C})$ pour $121\ h^{1/2}$		101	102	101	101

TABLEAU 4.18 – Températures de transition vitreuse pour différentes conditions et deux temps de vieillissement

Ces courbes permettent également de montrer que le module de conservation n'est pas affecté par les vieillissements en humidité contrôlée à un temps de vieillissement donné.

Vis-à-vis de la relaxation secondaire γ , qui est associée à la température de -80°C , son amplitude augmente avec le temps de vieillissement mais elle n'est en revanche pas affectée par le degré d'humidité, tout comme la relaxation ω associée à la température de 20°C .

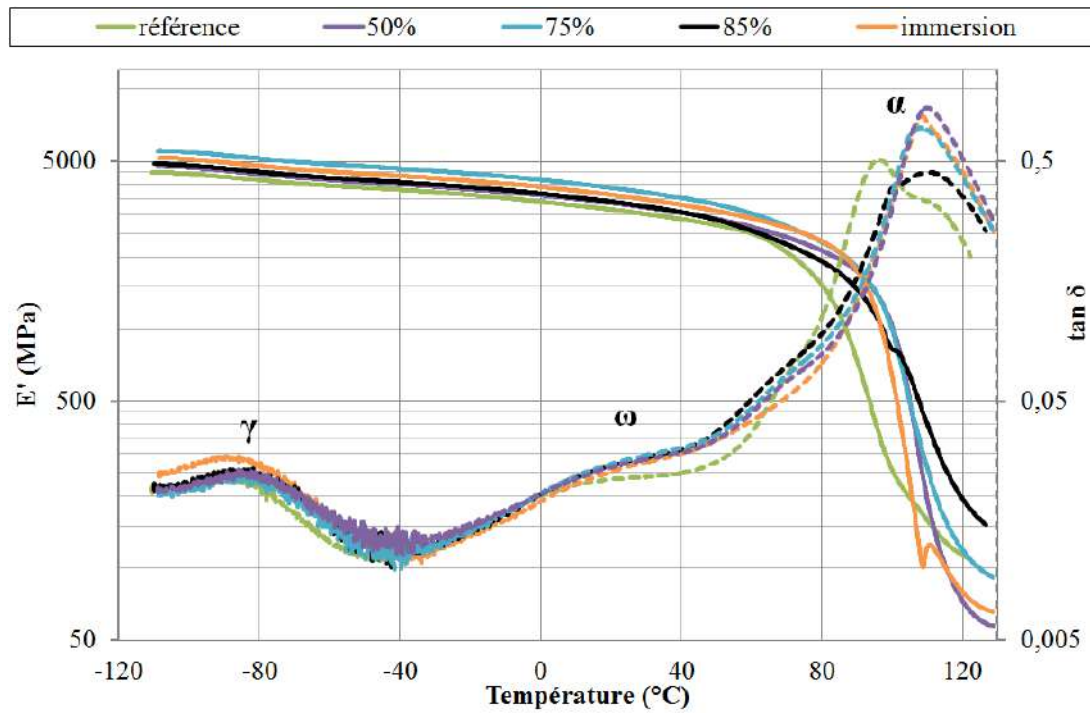
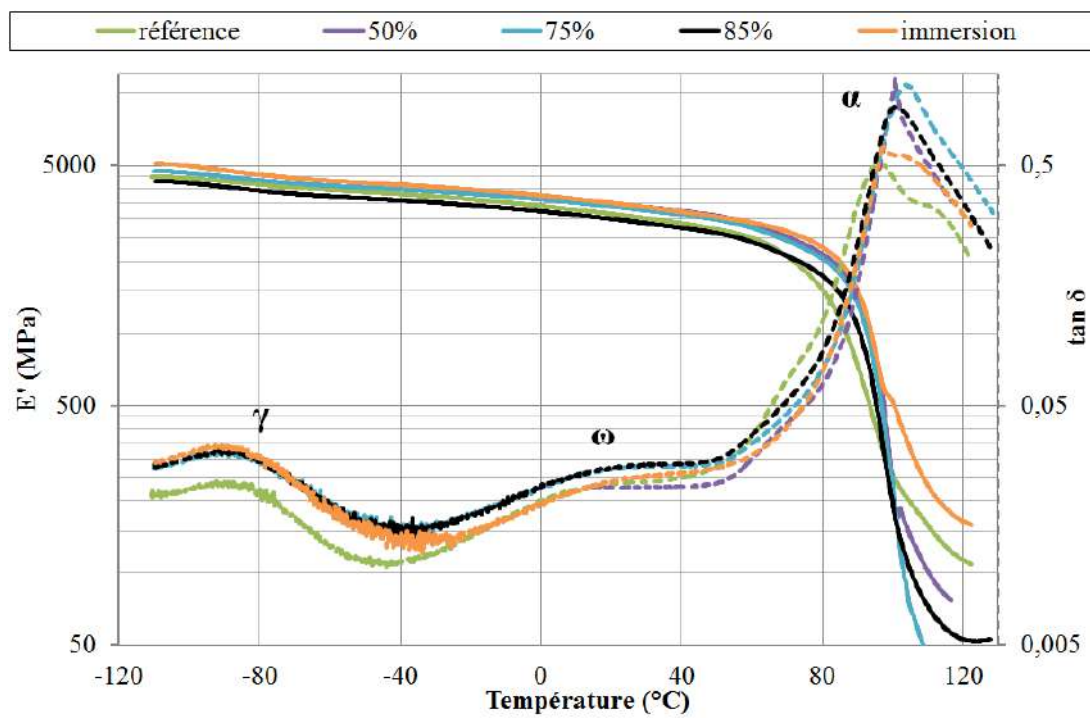
(a) Vieillissement pendant 82 $h^{1/2}$ (b) Vieillissement pendant 121 $h^{1/2}$

FIGURE 4.49 – Spectre thermomécanique pour différentes conditions de vieillissement

Par ailleurs, il faut être vigilant sur le conditionnement des échantillons. En effet, il est préférable de les conditionner dans des atmosphères avec des sels absorbants l'humidité relative. Un conditionnement dans un environnement ambiant conduit à une chute de température de transition vitreuse malgré une post-cuisson et un séchage préalables (figure 4.50).

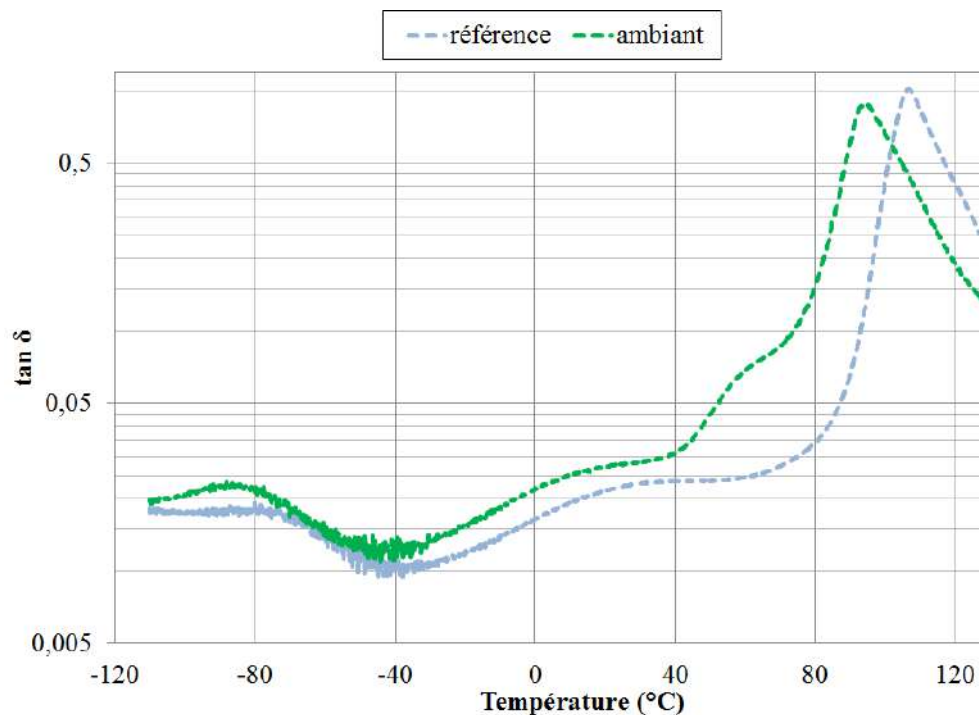


FIGURE 4.50 – Spectre thermomécanique pour différents conditionnements du matériau

4.3.1.3 Comportement mécanique

Le comportement mécanique de la résine après vieillissement constitue une investigation essentielle afin d'estimer le pressenti affaiblissement des propriétés du matériau. Les essais de DMA exposés dans le paragraphe précédent montrent une conservation du module élastique après vieillissement humide à température ambiante.

Des essais de traction sur des éprouvettes haltères sont menés afin de vérifier cette tendance. Le protocole expérimental est identique à celui utilisé dans le paragraphe 3.3.1.

Le module élastique n'est pas modifié étant donné les écarts-types. Cependant, une chute de la contrainte ainsi que de l'allongement à rupture est visible (figure 4.51 et tableau 4.19), ce qui fait supposer que l'hydrolyse fragilise le matériau [Vauthier, 1996] [Chateauminois, 1991]. Cette tendance est également observable pour les conditions de vieillissement en humidité relative contrôlée (tableau 4.20). Une seule éprouvette est testée pour chaque temps d'immersion. La moyenne sur trois éprouvettes est réalisée dans le cas de référence non vieilli. Le tableau 4.20 correspond à une moyenne sur au minimum 3 essais dans chaque condition. Les essais sont réalisés à saturation de prise en eau.

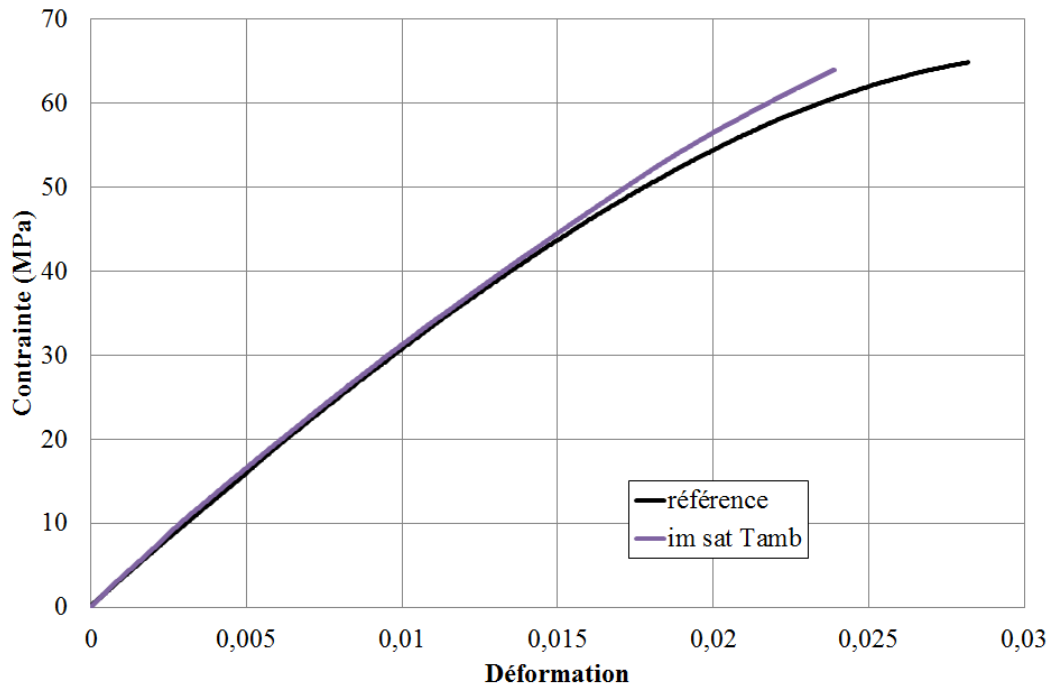


FIGURE 4.51 – Contrainte en fonction de la déformation sur une éprouvette non vieillie et une vieillie en immersion à température ambiante jusqu'à saturation

Temps d'immersion ($h^{1/2}$)	M_t (%)	E (GPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
0 (référence)	0	$3,31 \pm 0,20$	75 ± 2	2,83
20	0,56	3,30	70	-
50	0,83	3,32	63	-
58	0,86	3,1	64	2,36
85	0,88	3,08	65	2,5

TABLEAU 4.19 – Prises en eau, modules, contraintes et déformations à rupture pour différents temps d'immersion à température ambiante

Condition	M_t (%)	E (GPa)	σ_r (MPa)	ϵ_r (%)
50% HR	$0,38 \pm 0,03$	$3,30 \pm 0,73$	66 ± 5	$2,45 \pm 0,40$
75% HR	$0,56 \pm 0,04$	$3,05 \pm 0,62$	64 ± 1	$2,44 \pm 0,12$
85% HR	$0,66 \pm 0,06$	$3,13 \pm 0,75$	66 ± 9	$2,63 \pm 0,70$
immersion	$0,86 \pm 0,03$	$3,09 \pm 0,31$	66 ± 3	$2,43 \pm 0,10$

TABLEAU 4.20 – Prises en eau, modules, contraintes et déformations à rupture dans différentes conditions de vieillissement à température ambiante

4.3.1.4 Conclusion sur le vieillissement de la résine

La résine vinylester étudiée dans le cadre du projet montre un comportement fickien au vieillissement humide, à température ambiante quelle que soit l'humidité relative ainsi qu'à 70°C. Ce résultat correspond à la littérature puisque d'autres auteurs l'indiquent également [Ghorbel et Valentin, 1993] [Sobrinho *et al.*, 2009] [Ganem, 1992]. En revanche, Heman [Heman, 2008] indique que le vinylester montre un comportement non fickien lors d'une immersion à 70°C. La différence de comportement peut s'expliquer par la composition de la résine qui est différente, la présence plus ou moins importante de styrène.

Concernant la tenue mécanique, une conservation du module d'Young est également visible dans l'étude de Sobrinho *et al.* [Sobrinho *et al.*, 2009].

4.3.2 Vieillessement du composite

Maintenant que l'étude sur la résine est réalisée, l'intérêt se porte sur le matériau composite. Les matériaux des types A et B sont étudiés dans ce paragraphe l'un après l'autre. Seul l'environnement en immersion à température ambiante est considéré dans l'étude. En effet, les environnements à humidité relative contrôlée n'ont pas montré de différences vis-à-vis des propriétés mécaniques par rapport à l'immersion. Par ailleurs, le matériau en conditions industrielles sera dans un environnement humide à température ambiante, c'est pourquoi l'environnement à 70°C est également écarté de l'étude. L'étude en immersion à température ambiante présente donc le plus grand intérêt.

Les échantillons sont ici post-cuits à 82°C pendant 16h, puis séchés à 55°C sous vide jusqu'à obtenir une masse stabilisée qui sera le signe d'un séchage complet.

4.3.2.1 Vieillessement du composite de type A

Dans un premier temps, il faut sélectionner les dimensions des échantillons afin qu'ils soient le plus représentatif du comportement en conditions réelles d'utilisation. Les matériaux étant épais ($h = 4,5$ mm) pour une étude en vieillissement, il conviendra de ne pas négliger cet aspect. En effet, la norme NF EN ISO 62 [NF EN ISO 62, 2008] préconise des échantillons d'épaisseur entre 1 et 2 mm pour ne pas considérer les effets de bord. Elle propose également de recouvrir les bords d'un « film en acier inoxydable ou en aluminium » et « d'utiliser un adhésif peu absorbant qui n'aura aucune répercussion sur les résultats ». De ce fait, une étude préalable sur le composite est réalisée. Elle consiste à tester différents adhésifs ou protections de bords et à suivre la prise de masse des échantillons recouverts ou non afin de sélectionner la meilleure solution. Ce test est effectué sur le matériau de type A dont les échantillons font $25 \times 25 \times 4,5$ mm³. Les images de la figure 4.52 représentent les différentes protections de bords testées. De gauche à droite sur la figure, les protections sont constituées de :

- peinture anti-corrosion en spray ;
- scotch d'électricien noir ;
- scotch en téflon ;
- polissage ;
- scotch en kapton.

Tous les échantillons sont préalablement polis avant d'être revêtus de leur protection.



FIGURE 4.52 – Différentes protections de bord testées

La figure 4.53 présente le taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les différentes protections. Après plus d'un mois de vieillissement, soit environ $30 h^{1/2}$, l'échantillon absorbant le moins d'eau est celui sans protection et donc uniquement poli. Il apparaît ainsi que les protections absorbent également de l'eau, notamment par leur colle afin d'adhérer à la surface.

L'écart sur le taux de prise en eau M_t est faible d'une protection à l'autre. Il est de 13% entre les deux extrêmes. Dans la suite de l'étude, les bords des échantillons seront donc simplement polis avant leur vieillissement.

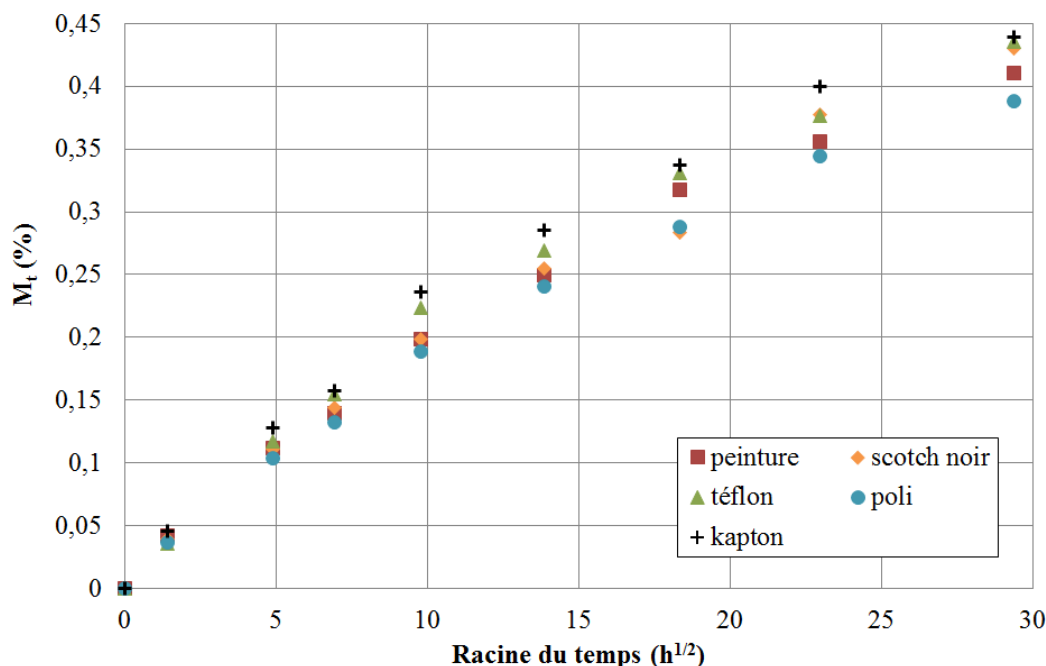


FIGURE 4.53 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les différentes protections

La longueur et la largeur des échantillons sont notées L comme dimension unique. Deux dimensions d'échantillons sont suivies en vieillissement : $L = 25 \text{ mm}$ ($h/L = 0,18$) et $L = 45 \text{ mm}$ ($h/L = 0,1$). Les courbes de vieillissement pour ces deux rapports sont présentées sur la figure 4.54. Les deux courbes montrent la même allure générale. Les points se superposent jusqu'à deux semaines de vieillissement ($18 h^{1/2}$). Cela signifie que les échantillons ont le même coefficient de diffusion comme l'avait montré Chateauminois *et al.* [Chateauminois *et al.*, 1994] sur les composites en verre/époxy. Ensuite, un écart entre les courbes apparaît au moment d'un changement de pente. Cela semble donc être lié au moment de la dégradation de l'échantillon. L'échantillon le plus grand montre une prise en eau plus faible que l'échantillon le plus petit. L'écart maximal entre les deux courbes est de 15%.

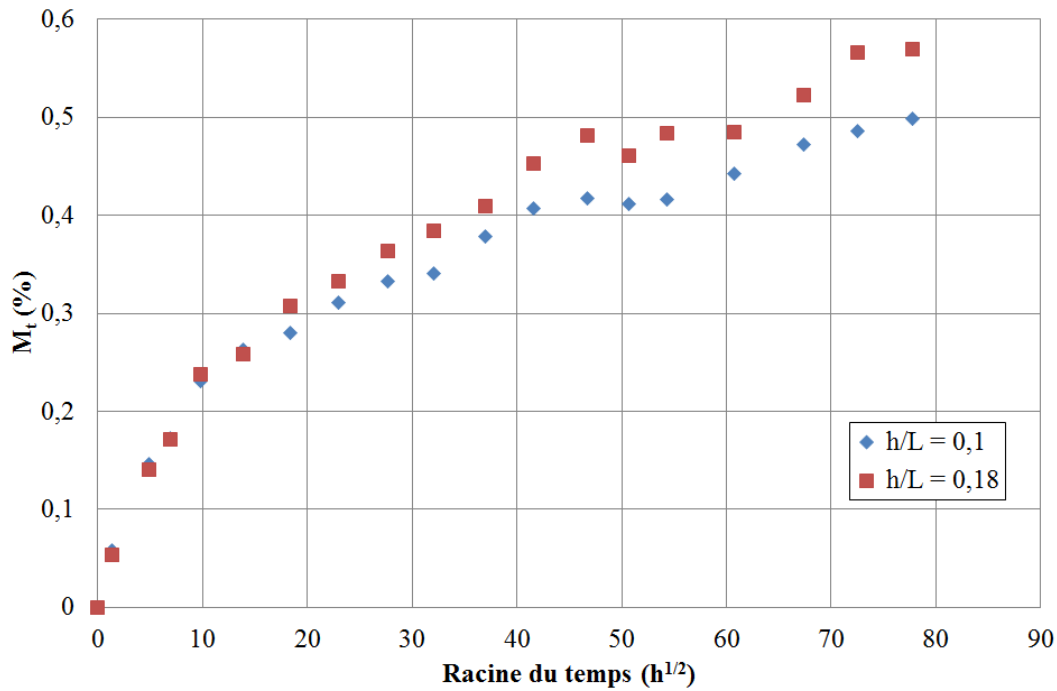


FIGURE 4.54 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour deux rapports de dimensions d'échantillons

L'allure des courbes de vieillissement du composite présente une double pente, ce qui est couramment associé à une cinétique de type Langmuir, contrairement à la résine seule qui était fickienne dans les mêmes conditions de vieillissement. La figure 4.55 compare le taux de prise en eau entre la résine vinylester seule et le matériau composite verre/vinylester de type A pour les mêmes dimensions d'échantillons ($h/L = 0,18$). Leur coefficient de diffusion est identique puisque la partie linéaire du début des courbes se superpose. En revanche, un changement de pente est observable sur le composite dû à la présence des fibres de verre qui retardent la diffusion de l'eau dans le matériau. Le matériau composite en dehors de posséder des fibres par rapport à la résine montre une structure plus complexe par la présence de porosités et d'interfaces entre les constituants du composite. Il a déjà été montré que ces aspects influencent la prise en eau [Chateauminois *et al.*, 1994] [Heman, 2008] [Humeau *et al.*, 2016] [Ledru, 2009] [Morii *et al.*, 1997].

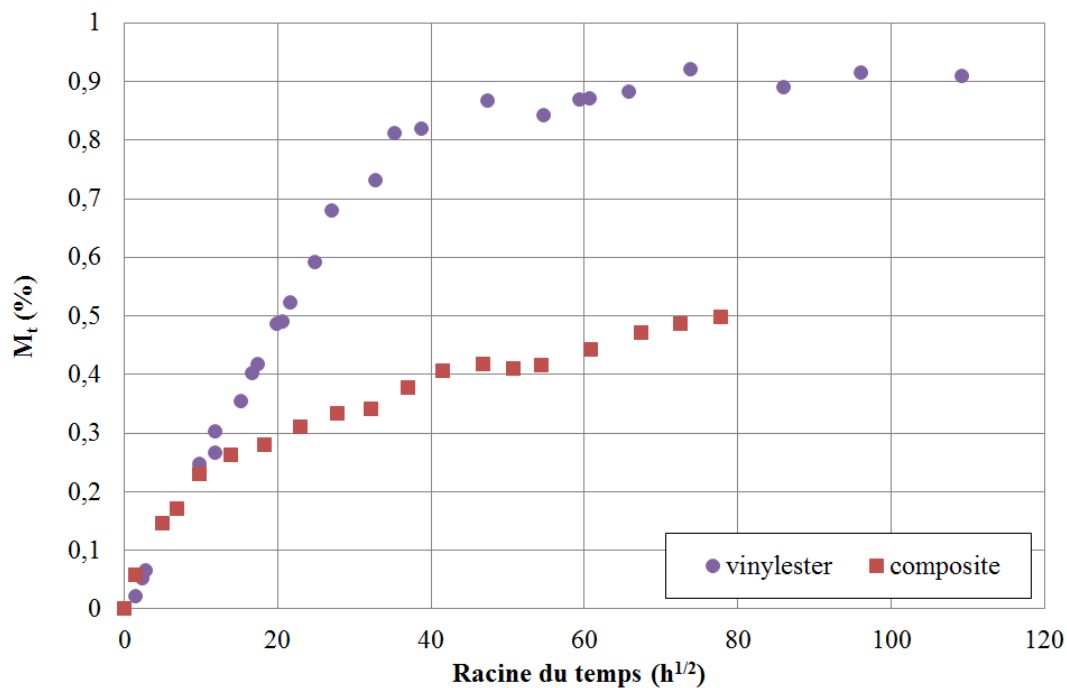


FIGURE 4.55 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour un échantillon de résine et un échantillon de composite

Calcul des coefficients du modèle de Langmuir

Pour déterminer les coefficients du modèle de Langmuir (D , γ et β) à partir des courbes expérimentales, il faut séparer la courbe en deux parties : lorsque le rapport Dt/h^2 est inférieur à 0,04 et lorsqu'il est supérieur (*cf.* paragraphe 1.5.4.2). Ne connaissant pas encore D , la première partie correspond à la section linéaire de la courbe. Cela pourra être vérifié une fois D déterminé.

Sur la première partie de la courbe, une extrapolation linéaire est réalisée et ainsi on accède à la pente de la droite qui correspond au rapport $M_t/\sqrt{t}$ dans l'équation 1.14. Pour déterminer le coefficient de diffusion D , il faut connaître les paramètres γ et β ainsi que le taux à saturation M_∞ .

Pour la détermination de ces paramètres, la courbe $1-M_t/M_\infty$ en fonction du temps est construite. Une extrapolation de forme exponentielle est ensuite réalisée pour accéder au rapport $\gamma/(\gamma+\beta)$ et au paramètre γ (*cf.* équation 1.15). Les paramètres γ et β sont ainsi déterminés et le calcul du coefficient D est alors possible.

Pour le matériau composite de type A, les paramètres sont donnés dans le tableau 4.21. La courbe correspondante à ces paramètres est tracée avec les données expérimentales sur la figure 4.56. La courbe correspondant au modèle de Fick apparaît également sur la figure afin de montrer sa discordance avec les données expérimentales.

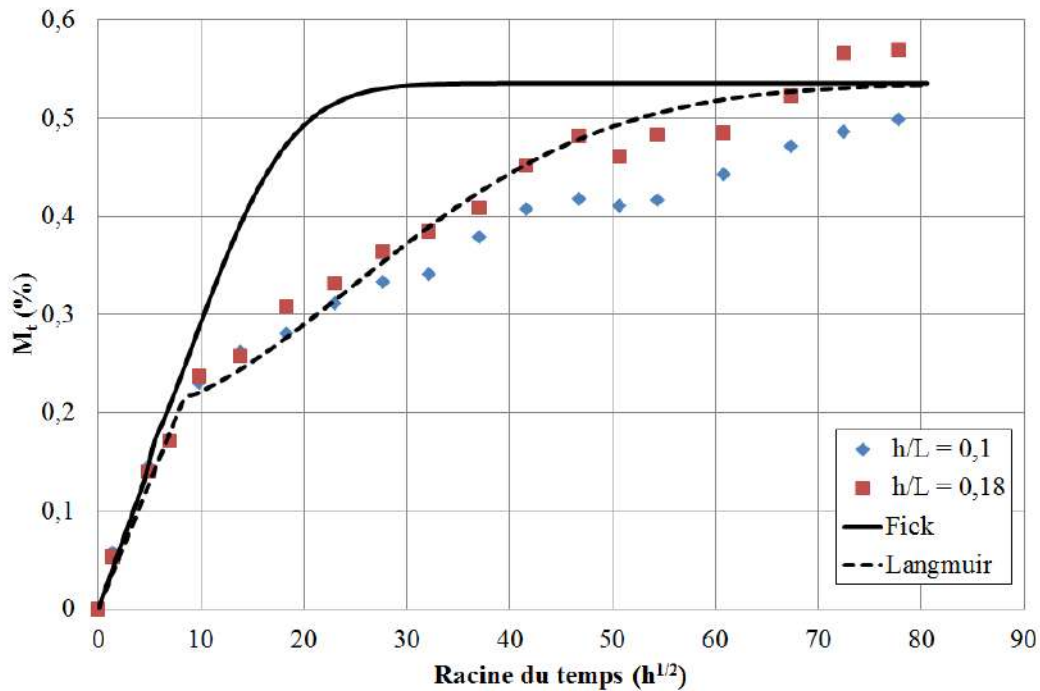


FIGURE 4.56 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps sur le matériau composite de type A avec les modèles théoriques

M_{∞} (%)	D (mm^2/s)	γ (s^{-1})	β (s^{-1})
$0,54 \pm 0,05$	$6,32E-06$	$2,27E-07$	$1,30E-07$

TABLEAU 4.21 – Taux de saturation et coefficients du modèle de Langmuir pour le matériau de type A

Carter et Kibler [Carter et Kibler, 1978], qui ont mis au point la cinétique de Langmuir, lui confèrent deux phases, « une phase libre dans laquelle l’eau diffuse et une phase liée dans laquelle l’eau est piégée ». Heman [Heman, 2008] retrouve ces deux phases lors de l’immersion d’un unidirectionnel en verre/vinylester, à 70°C. Dans notre cas, la diffusion est plus rapide et plus intense malgré une étude à température ambiante. Notre matériau n’est pas unidirectionnel mais bidirectionnel contrairement à Heman. Elle obtient un taux à saturation deux fois plus faible que dans notre cas. Le taux de fibres de son matériau est plus élevé que le nôtre, ce qui limite donc l’absorption d’eau.

Un échantillon de composite de type A est séché après avoir été soumis à un vieillissement humide pendant $45 h^{1/2}$. La même procédure est réalisée que dans le cas de la résine (*cf.* figure 4.44). La courbe de séchage inverse (figure 4.57) montre que le taux de perte de masse dépasse -100%, ce qui signifie que le composite ne retrouve pas sa masse initiale avec vieillissement mais qu’elle est plus faible. Le vieillissement semble donc générer des endommagements irréversibles dans le composite comme le suppose le modèle de Lang-

muir. Dans le cas contraire, le séchage inverse permettrait de retrouver la masse initiale du matériau, comme c'est le cas pour le vinylester.

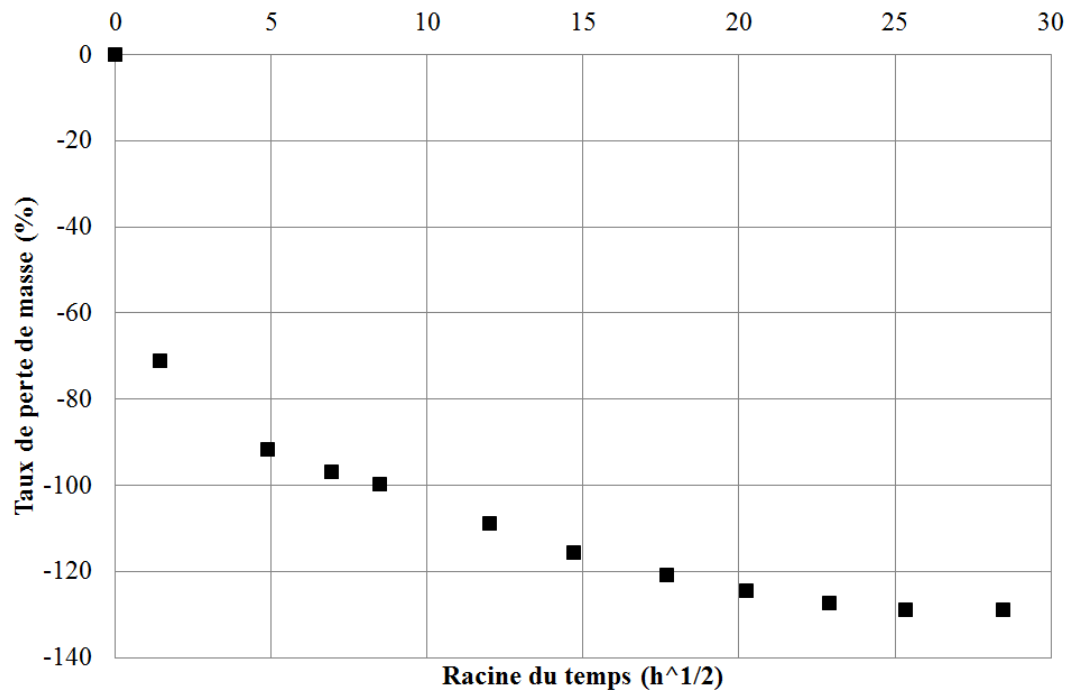


FIGURE 4.57 – Courbe de séchage inverse du composite de type A après vieillissement

L'étude du vieillissement du composite de type A n'est pas achevée. En effet, la saturation n'est pas atteinte puisque la masse des échantillons continue d'augmenter. Les paramètres du modèle de Langmuir ainsi déterminées sont le résultat des données expérimentales actuellement disponibles. Un temps de vieillissement plus long serait nécessaire pour estimer ces paramètres plus finement, notamment le taux de prise en eau à saturation.

4.3.2.2 Vieillissement du composite de type B

La même procédure est réalisée sur le composite de type B. Pour son vieillissement, cinq formes d'échantillons sont étudiées :

- cube (figure 4.58 a)) ;
- circonférentiel d'épaisseur 1 et 2 mm : $0_2/90$ (figure 4.58 b)) ;
- axial d'épaisseur 1 et 2 mm : $0/90_2$ (figure 4.58 c)).

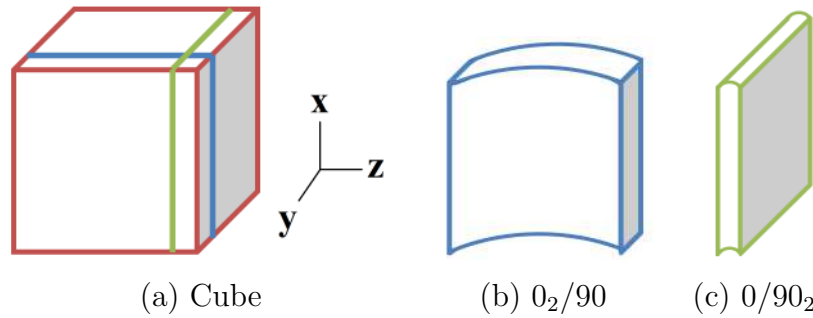


FIGURE 4.58 – Forme schématique des échantillons de vieillissement sur le matériau de type B

Pour faciliter la lecture, les échantillons bleus (figure 4.58 b)) sont notés $0_2/90$ ce qui correspond à leur empilement simplifié où les fibres à 0° sont parallèles à la plus grande surface et les fibres à 90° , qui sont deux fois moins nombreuses sont perpendiculaires à cette surface. Il en va de même pour les échantillons verts notés $0/90_2$.

Les deux orientations sont testées pour voir l'effet sur la prise en eau et pour déterminer leurs coefficients de diffusion respectifs (D_y et D_z). L'objectif est d'obtenir le coefficient de diffusion dans l'épaisseur de l'empilement (D_x). En effet, seule la surface intérieure de la citerne est a priori exposée à un environnement humide. Le coefficient de diffusion du cube est noté D_t et s'exprime suivant la relation 4.10 puisque toutes les dimensions sont identiques ($h = b = l$) [Chateauminois *et al.*, 1994].

$$D_t = (\sqrt{D_x} + \sqrt{D_y} + \sqrt{D_z})^2 \quad (4.10)$$

Les courbes de vieillissement sont présentées sur la figure 4.59. Les couleurs des marqueurs correspondent à celles des schémas de la figure 4.58.

Les premiers résultats indiquent que le vieillissement n'est pas suffisant pour atteindre la saturation. Les échantillons d'épaisseur 1 mm ont une masse très faible (environ 500 mg). Le taux de prise de masse M_t est donc très sensible à une variation légère de la masse des échantillons, d'autant plus que le taux de prise de masse est très faible (inférieur à 1%).

Par ailleurs, les points au-delà du temps $88 h^{1/2}$ sont contestables puisque la balance de précision fut déplacée et les mesures semblent perturbées.

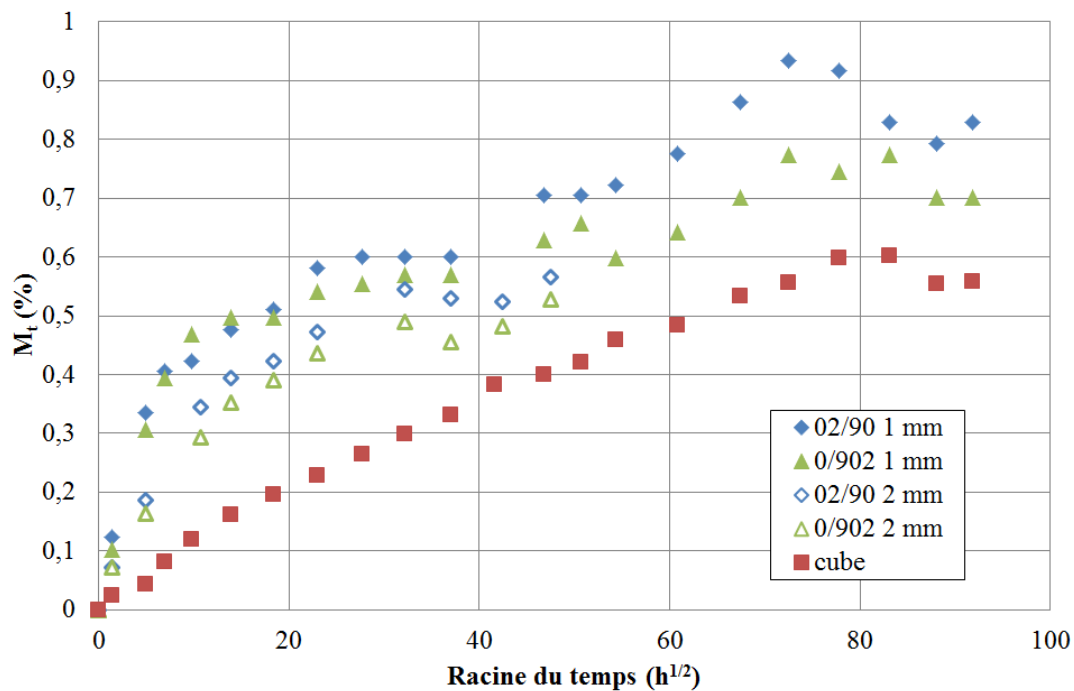


FIGURE 4.59 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les échantillons du matériau de type B

De la même façon que pour le composite de type A, les courbes présentent une double pente. Une cinétique de Langmuir est donc envisagée. Les coefficients sont déterminées de la même façon que pour le composite de type A. La figure 4.60 présente les courbes de vieillissement des échantillons de 1 mm d'épaisseur avec les modèles théoriques de Fick et Langmuir. Le modèle de Langmuir permet de restituer l'expérience contrairement au modèle fickien, comme c'est le cas pour le composite de type A. Le tableau 4.22 répertorie les coefficients du modèle de Langmuir. L'orientation des fibres ne joue que faiblement sur les résultats. Les coefficients de diffusion D_y et D_z peuvent donc considérées identiques.

Échantillon	M_∞ (%)	D (mm^2/s)	γ (s^{-1})	β (s^{-1})
0 ₂ /90 1 mm	$0,85 \pm 0,08$	1,54E-06	1,57E-07	2,15E-07
0/90 ₂ 1 mm	$0,74 \pm 0,05$	2,12E-06	2,01E-07	2,92E-07

TABEAU 4.22 – Taux de saturation et coefficients du modèle de Langmuir pour le matériau de type B

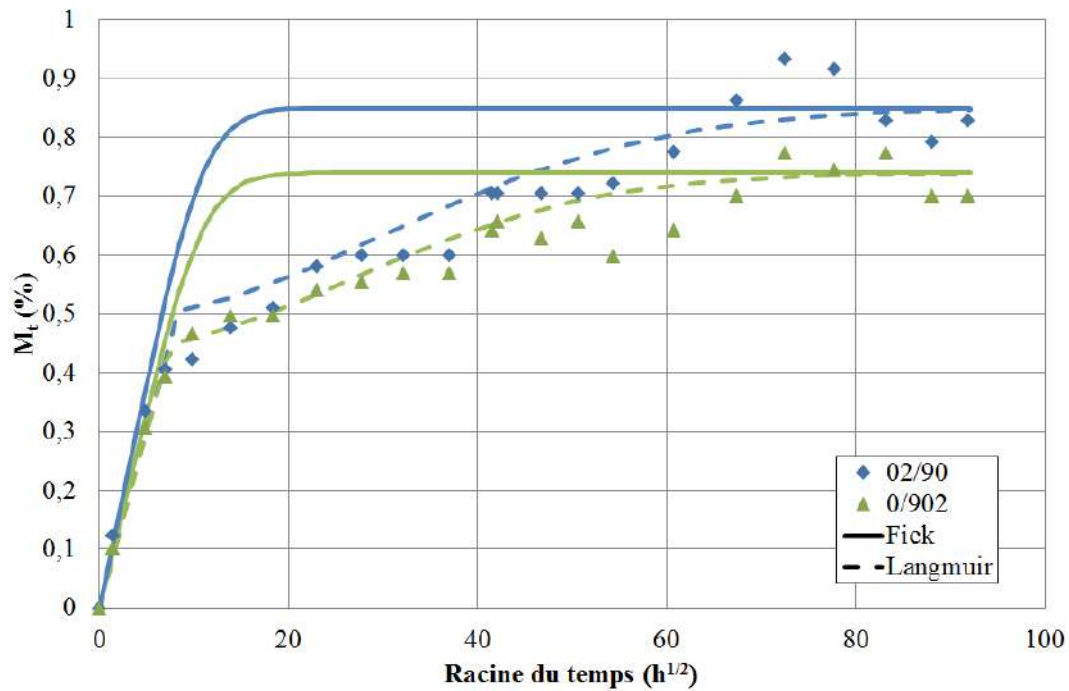


FIGURE 4.60 – Taux de prise en eau en fonction de la racine carrée du temps pour les échantillons d'épaisseur 1 mm du matériau composite de type B avec les modèles théoriques

Les résultats obtenus jusqu'à présent avec les échantillons d'épaisseur 2 mm et le cube ne permettent pas de calculer les coefficients de Langmuir puisque la saturation n'est pas encore atteinte. En revanche, il apparaît que l'épaisseur modifie le début des courbes de diffusion. Plusieurs auteurs observent ce phénomène [Bunsell, 1995] [Halary, 1992]. Heman [Heman, 2008] et Chateauminois *et al.* [Chateauminois *et al.*, 1994] utilisent un facteur correctif pour considérer les effets de bords dans la cinétique de diffusion.

Une fois le coefficient de diffusion du cube D_t déterminé, le calcul de D_x sera alors possible *via* l'équation 4.10.

4.3.2.3 Couplage avec la fatigue

Afin d'appréhender les pré-senties pertes sur la tenue mécanique du matériau après vieillissement, des essais de fatigue sont conduits sur des éprouvettes vieilles du matériau de type A. Il s'agit d'essais de fatigue en flexion 3 points avec appuis rapprochés pour rendre le cisaillement prépondérant (*cf.* partie 4.1). Des éprouvettes dimensionnées selon la norme ISO 14130 sont vieilles pendant 14, 60 et 270 jours, soit respectivement 18, 38 et 80 $h^{1/2}$ afin de repérer les temps sur la courbe de vieillissement. Pour chaque temps de vieillissement un minimum de 3 éprouvettes sont testées. Pour les éprouvettes vieilles pendant 18 et 38 $h^{1/2}$, le cycle est réalisé entre 0,15 et 1,5 kN, ce qui équivaut à des contraintes maximales du cycle différentes selon les éprouvettes (tableau 4.23). En effet,

ce cycle permet d'approcher la valeur de la limite d'endurance en tant que contrainte maximale. Les éprouvettes vieilles pendant $80\ h^{1/2}$ sont quant à elles testées avec un cycle dont la contrainte maximale correspond à la limite d'endurance soit $11,4\ \text{MPa}$ (cf. tableau 4.3).

Temps de vieillissement ($h^{1/2}$)	18	38	80
σ_{max} (MPa)	$11,2 \pm 0,1$	$10,1 \pm 0,4$	11,4

TABLEAU 4.23 – Contrainte maximale du cycle en fonction du temps de vieillissement

Les éprouvettes vieilles 18, 38 et $80\ h^{1/2}$ ne montrent pas de perte de raideur après 100 000 cycles de chargement (figure 4.61). Le vieillissement ne semble donc pas avoir d'influence sur la limite d'endurance. Il faut tout de même noter que les contraintes appliquées pour les éprouvettes vieilles pendant 18 et $38\ h^{1/2}$ sont en dessous de la limite d'endurance calculée dans la partie 4.1, valant $11,4 \pm 0,9\ \text{MPa}$.

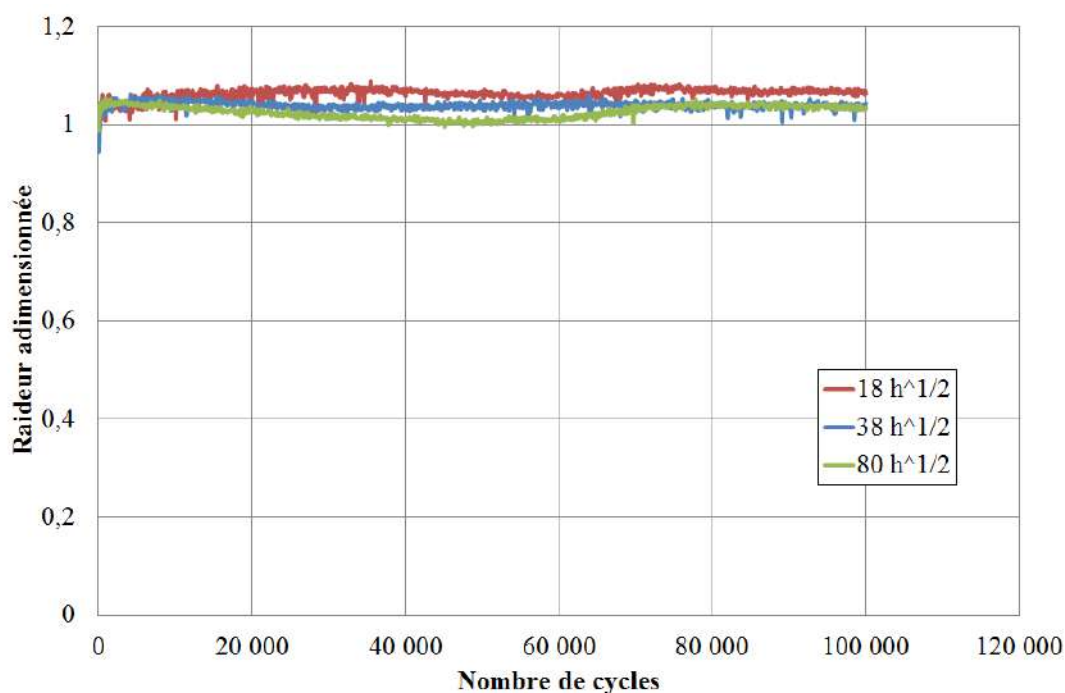


FIGURE 4.61 – Raideur en fonction du nombre de cycles pour différents temps de vieillissement

Une estimation de la limite d'endurance pour les éprouvettes vieilles aurait nécessité un plus grand nombre d'éprouvettes afin d'utiliser la méthode de l'escalier, comme décrite dans le paragraphe 4.1.2.

4.3.3 Conclusion sur le vieillissement

L'étude du vieillissement de la résine seule et du composite a permis d'appréhender leur comportement et de proposer des modèles analytiques. C'est ainsi que les mécanismes de vieillissement sont mis en lumière. En effet, la résine seule montre un comportement fickien et une prise d'eau à saturation réversible. Cela indique le non endommagement de la résine lors d'un vieillissement hydrique. A l'inverse, le comportement du composite suit un modèle de Langmuir qui suppose une modification irréversible de liaisons chimiques par une réaction d'hydrolyse. Ce changement de régime entre la résine seule et le matériau composite s'explique par la présence des fibres, de porosités et d'interfaces entre les deux composants : les fibres et la résine. Le séchage inverse permet de confirmer que le composite est endommagé après vieillissement puisqu'il ne retrouve pas sa masse initiale à l'inverse de la résine seule.

Par ailleurs, le couplage avec une sollicitation en fatigue indique que le vieillissement ne semble pas abaisser la limite d'endurance du matériau. Ce résultat s'oppose aux données bibliographiques sur le verre/époxy où Chateauminois [Chateauminois, 1991] et Vauthier [Vauthier, 1996] montrent l'effet du vieillissement sur la tenue en fatigue. Cependant, la résine époxy est plus sensible au vieillissement que la résine vinylester [Heman, 2008] par entre autres une absorption d'eau à saturation qui est de 2 à 3 fois plus importante.

4.4 Conclusion sur la durabilité

L'éventail des essais réalisés dans ce chapitre permet de caractériser le matériau composite verre/vinylester en durabilité sous les conditions d'utilisation industrielle définies par le cahier des charges.

Tout d'abord, l'étude en fatigue donne accès à la limite d'endurance du matériau. Ensuite, les essais d'impacts ont permis de sélectionner une solution de protection pour éviter l'impact directement sur le composite. Concernant l'usure, une comparaison entre le matériau composite et l'acier a été réalisée. Cela confirme l'intérêt d'une couche dite d'anti-corrosion à l'intérieur de la citerne pour éviter l'accès direct aux fibres circonférentielles permettant la tenue mécanique, au risque de voir une infiltration d'eau. Enfin, le comportement au vieillissement de la résine et du composite est appréhendé. Les temps de vieillissement sont longs pour aboutir à des courbes finalisées. A ce stade, elles permettent néanmoins d'estimer les paramètres des modèles analytiques de Fick ou de Langmuir.

Le tableau 4.24 récapitule les pertes dues à la durabilité spécifique subie par le matériau dans les conditions industrielles d'utilisation. Finalement, l'usure et le vieillissement n'induisent pas de perte tandis que la fatigue et l'impact génèrent une chute des propriétés pour la structure. Les pertes dues à l'impact sont réduites voire supprimées par l'utilisation d'un bouclier en polyuréthane protégeant le matériau composite. Les pertes dues à la fatigue sont à considérer dans les modèles numériques afin de dimensionner la citerne dans le cadre du projet.

Cela permet de conclure que le matériau reste un bon candidat pour cette application industrielle, permettant d'alléger la structure pour répondre aux besoins industriels tout en conservant les propriétés nécessaires à sa tenue mécanique.

Sollicitation	Perte	par rapport à
Fatigue	−56% sur la contrainte à rupture	Statique (Flexion appuis rapprochés)
Impact	−16% sur le module	Statique (Compression)
Usure	0% sur le module	Statique (Flexion 3 points)
Vieillissement	0% sur la contrainte à rupture	Fatigue (Flexion appuis rapprochés)

TABLEAU 4.24 – Bilan des pertes dues aux différentes sollicitations

Conclusion et perspectives

Le travail de thèse présenté a pour objectifs de donner des outils aux partenaires industriels pour estimer la durée de vie de la citerne en verre/vinylester utilisée sur des camions d'hydrocurage. Pour cela, des essais de caractérisation et de durabilité du matériau ont été menés.

L'état de l'art est un point de départ nous guidant vers les différentes phases du projet. Il a permis d'aborder le procédé très spécifique de l'enroulement filamentaire et les caractéristiques des structures en résultant. En effet, différents auteurs se sont penchés sur ce procédé et le problème majeur qu'il cause : la fabrication d'éprouvettes représentatives. L'utilisation d'une méthode inverse couplée avec un algorithme d'optimisation est une solution répandue afin de caractériser le matériau. Par ailleurs, différentes techniques expérimentales sont abordées pour rendre compte des phénomènes liés à la durabilité vis-à-vis de la tenue en fatigue, en vieillissement, à l'usure et à l'impact.

Le chapitre 2 présente le matériau de l'étude ainsi que les moyens expérimentaux pour la caractérisation de celui-ci. Le matériau ne possède pas un empilement en symétrie miroir. Cet aspect implique un couplage des sollicitations entre flexion et traction. Les outils utilisés sont divers étant donnée la variété des sollicitations à étudier. Une vision globale est finalement exposée afin d'envisager les étapes suivantes *i.e.* la détermination des coefficients d'abattement pour chaque sollicitation.

La caractérisation du matériau exposée dans le chapitre 3 permet la détermination des propriétés élastiques et à rupture de la résine vinylester et du matériau composite verre/vinylester. L'étude sur le composite a fait appel à deux formes d'éprouvettes : un tube et une éprouvette extraite d'un tube. Une comparaison entre une caractérisation *via* la structure tubulaire entière et une caractérisation *via* des éprouvettes extraites de cette structure est possible. L'utilisation d'éprouvettes permet l'accès direct aux propriétés du matériau tandis que l'utilisation de la structure nécessite un recalage à l'aide un modèle numérique, une méthode inverse et un algorithme d'optimisation. En revanche, les propriétés élastiques du pli unidirectionnel sont obtenues grâce à cette dernière méthode tandis que la méthode directe limite la détermination des propriétés à celles de l'empile-

ment. Il est alors possible d'ajuster la stratification dans les modèles numériques simulant la citerne, ce que ne permet pas la méthode directe. Les données du pli obtenues sont validées. En effet, les résultats montrent que les valeurs obtenues par l'une ou l'autre des méthodes donnent les mêmes propriétés de l'empilement, avec un écart maximal de 2%. Cette étape est un tremplin avant d'appréhender les questions de durabilité.

Le chapitre 4 développe la durabilité associée aux sollicitations vécues par la citerne en conditions réelles d'utilisation. Le matériau est testé afin de prédire son comportement face à ces chargements complexes : fatigue, choc, usure et vieillissement. Chaque étude a permis d'analyser l'effet indépendant de chaque sollicitation sur le matériau d'étude et de donner un coefficient d'abattement. Finalement, seul le chargement en fatigue donne un coefficient d'abattement important. Au bout de 100 000 cycles de charge en flexion appuis rapprochés avec $R=0,1$, le matériau a perdu 56% de sa contrainte à rupture par rapport à un essai quasi-statique. Les autres sollicitations ne montrent pas d'abaissement des propriétés. Pour éviter un endommagement par impact dans la citerne, plusieurs solutions sont envisagées. Finalement, le revêtement en polyuréthane est retenu pour sa capacité d'absorption des impacts et son endommagement faible et très localisé après un choc. La couche d'anti-corrosion présente à l'intérieur de la citerne montre son intérêt lors des sollicitations à l'usure. En effet, si l'abrasif a une faible dureté, l'usure se limite à la résine présente en surface mais dans le cas contraire l'abrasif attaque les fibres de verre comme c'est le cas avec le corindon par exemple. Le composite présente une courbe de vieillissement de type Langmuir, qui suppose un endommagement irréversible du matériau mais qui n'affecte pas la résistance en fatigue.

Pour conclure les travaux de caractérisation et de durabilité menés sur le matériau composite verre/vinylester ont permis de montrer qu'il présente les propriétés nécessaires pour la tenue dans le temps pour l'application industrielle du projet. En revanche, d'autres études sont envisageables afin de comprendre davantage de phénomènes et proposer une caractérisation plus complète.

Perspectives

Les perspectives sont de plusieurs ordres. Il s'agit soit d'affiner une étude spécifique de durabilité, soit de coupler deux voire davantage de sollicitations.

Vis-à-vis de la fatigue, un recalage numérique par éléments finis pour prendre en compte la courbure et l'asymétrie de l'empilement permettrait d'améliorer la précision sur la limite d'endurance. En effet, une différence entre les deux sens de courbure est visible sur les essais statiques.

Le calcul des coefficients de diffusion dans le sens de l'épaisseur par le biais d'un modèle numérique et grâce aux données expérimentales obtenues dans les autres directions et avec l'échantillon cubique, est à envisager pour prédire la courbe de diffusion de l'eau dans le matériau en conditions réelles d'utilisation.

Des essais complémentaires de DMA sur le matériau composite verre/vinylester montrent un intérêt pour comprendre les phénomènes de vieillissement [Heman, 2008]. Pour cela, plusieurs éprouvettes ayant été soumises aux mêmes conditions de vieillissement doivent être testées pour négliger les perturbations expérimentales. La validation d'un protocole expérimental et le soin apporté au conditionnement des éprouvettes semblent indispensables pour mener à bien ces essais délicats.

Un couplage entre les sollicitations d'impacts et de fatigue est envisageable, mais comme pour les essais de compression après impact, la taille des impacts par rapport à la taille de l'éprouvette sera un facteur influant sur la chute des propriétés et ne pourra pas être extrapolé à d'autres dimensions. Une étude numérique pourrait être une solution. Ce type d'étude est largement répandu dans la littérature [Yuanjian et Isaac, 2008] [Kosmann *et al.*, 2014].

De la même façon, coupler l'usure avec la fatigue représente un intérêt puisque la tenue en fatigue est influencée par l'état de surface du matériau [Arola et Williams, 2002].

Des multi-couplages impact-vieillissement-fatigue ou encore usure-vieillissement-fatigue seraient judicieux afin de voir la tenue mécanique de pièces endommagées ayant été soumises à un milieu humide prolongé.

Bibliographie

- [AETech, 00] AETech (00). Contrôle et caractérisation des polymères et composites.
- [Alvarez *et al.*, 2008] Alvarez, V., Gibson, G. et Vasquez, A. (2008). Progress in polymer degradation and stability research, chapitre 12. Modeling of dynamical-mechanical properties of vinyl ester and unsaturated polyester with glass fibre reinforced composites, pages 343–357. Nova Science Publishers.
- [Ambur et Starnes, 1998] Ambur, D. R. et Starnes, J. H. (1998). Effect of curvature on the impact damage characteristics and residual strength of composite plates. *American Institute of Aeronautics and Astronautics*, No. 98-1881.
- [Archard, 1953] Archard, J. F. (1953). Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24(8):981–988.
- [Arola et Williams, 2002] Arola, D. et Williams, C. (2002). Surface texture, fatigue and the reduction in stiffness of fiber reinforced plastics. *J. Eng. Mater. Technol.*, 124:160–166.
- [Assarar *et al.*, 2011] Assarar, M., Scida, D., Mahi, A. E., Poilâne, C. et Ayad, R. (2011). Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials : Flax-fibres and glass-fibres. *Mater. Design*, 32(2):788 – 795.
- [ASTM D2344, 2000] ASTM D2344 (2000). Standard test method for short-beam strength of polymer matrix composite materials and their laminates.
- [ASTM D2992-06, 2006] ASTM D2992-06 (2006). Standard practice for obtaining hydrostatic or pressure design basis for "fiberglass" (glass-fiber-reinforced thermosetting-resin) pipe and fittings.
- [Bagci et Imrek, 2011] Bagci, M. et Imrek, H. (2011). Solid particle erosion behaviour of glass fibre reinforced boric acid filled epoxy resin composites. *Tribol. Int.*, 44:1704–1710.
- [Ballère, 2008] Ballère, L. (2008). Tolérance aux dommages par impacts de structures courbes composites - effets d'échelles. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Ballère *et al.*, 2009] Ballère, L., Viot, P., Lataillade, J.-L., Guillaumat, L. et Cloutet, S. (2009). Damage tolerance of impacted curved panels. *Int. J. Impact Eng.*, 36:243–253.

- [Bansod et Mohanty, 2016] Bansod, P. et Mohanty, A. (2016). Inverse acoustical characterization of natural jute sound absorbing material by the particle swarm optimization method. *Appl Acoust*, 112:41–52.
- [Bayoumi et Abdellatif, 1995] Bayoumi, M. R. et Abdellatif, A. (1995). Effect of surface finish on fatigue strength. *Eng. Fract. Mech.*, 51(5):861–870.
- [Berg *et al.*, 1972] Berg, C., Tirosh, J. et Israeli, M. (1972). Analysis of short beam bending of fiber reinforced composite. *Composite Materials : Testing and Design*, pages 206–218. ASTM STP 497, American Society for Testing and Materials.
- [Binienda et Wang, 1999] Binienda, W. et Wang, Y. (1999). Residual stresses reduction in filament wound composite tubes. *J. Reinf. Plast. Comp.*, 18(8):684–701.
- [Boisseau, 2011] Boisseau, A. (2011). Etude de la tenue à long terme de matériaux composites immergés pour structures de récupération d’énergies marines. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté.
- [Breuils *et al.*, 2009] Breuils, J., Jacomine, L., Pelletier, H. et Peyre, P. (2009). Identification par méthode inverse des propriétés mécaniques de surfaces grenillées par chocs laser. *19e Congrès Français de Mécanique à Marseille*.
- [Buch, 1988] Buch, A. (1988). Fatigue strength calculation. *Crystal Research and Technology*, 23(10-11):1288–1288.
- [Bunsell, 1995] Bunsell, A. (1995). Hydrothermal aging of composite materials. *Revue de l’Institut Français du Pétrole*, 50:61–67.
- [Carter et Kibler, 1978] Carter, H. G. et Kibler, K. G. (1978). Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins. *J. Compos. Mater.*, 12(2).
- [Casari *et al.*, 2006] Casari, P., Jacquemin, F. et Davies, P. (2006). Characterization of residual stresses in wound composite tubes. *Composites Part A*, 37(2):337–343.
- [Chambers *et al.*, 2006] Chambers, A., Earl, J., Squires, C. et Suhot, M. (2006). The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications. *Int. J. Fatigue*, 28(10):1389–1398.
- [Chand et Fahim, 1996] Chand, N. et Fahim, M. (1996). Modelling the effect of artificial weathering on abrasive wear behaviour of glass-polyester composites. *Tribol. Lett.*
- [Chand et Fahim, 2000] Chand, N. et Fahim, M. (2000). An introduction to tribology of frp materials, chapitre 2. Tribological tests and apparatus. Allied Publishers Limited.
- [Chateauminos, 1991] Chateauminos, A. (1991). Comportement viscoélastique et tenue en fatigue statique de composites verre-époxy : influence du vieillissement hygrothermique. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard à Lyon.
- [Chateauminos *et al.*, 1994] Chateauminos, A., Vincent, L., Chabert, B. et Soulier, J. (1994). Study of the interfacial degradation of a glass-epoxy composite during hygrothermal ageing using water diffusion measurements and dynamic mechanical thermal analysis. *Polymer*, 35(22):4766–4774.

- [Chevalier et Berbain, 2014] Chevalier, A. et Berbain, F. (2014). Mise en œuvre des composites méthodes et matériels. *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites*.
- [Chinelatti *et al.*, 2006] Chinelatti, M., Chimello, D., Ramos, R. et Palma-Dibb, R. (2006). Evaluation of the surface hardness of composite resins before and after polishing at different times. *Journal of Applied Oral Science*, 14(3):188–192.
- [Cohen, 1997] Cohen, D. (1997). Influence of filament winding parameters on composite vessel quality and strength. *Composites Part A*, 28A:1035–1047.
- [Compositec, 2009] Compositec (2009). Moulage par enroulement filamentaire : Principe. <http://www.compositec.com/compositec-promotion/moulage-par-enroulement-filamentaire>.
- [Costa *et al.*, 2001] Costa, M. L., Almeida, S. F. M. et Rezende, M. C. (2001). The influence of porosity on the interlaminar shear strength of carbon/epoxy and carbon/bismaleimide fabric laminates. *Compos. Sci. Technol.*, 61(14):2101–2108.
- [Darque-Ceretti *et al.*, 2016] Darque-Ceretti, E., Felder, E. et Monasse, B. (2016). Étude et analyse des surfaces de polymères solides - propriétés mécaniques et tribologiques. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [de Morais *et al.*, 2005a] de Morais, W., Monteiro, S. et d'Almeida, J. (2005a). Effect of the laminate thickness on the composite strength to repeated low energy impacts. *Compos. Struct.*, 70:223–228.
- [de Morais *et al.*, 2005b] de Morais, W., Monteiro, S. et d'Almeida, J. (2005b). Evaluation of repeated low energy impact damage in carbon epoxy composite materials. *Comp. Struct.*, 67:307–315.
- [Degallaix *et al.*, 2002] Degallaix, G., Hassaini, D. et Vittecoq, E. (2002). Cyclic shearing behaviour of a unidirectional glass/epoxy composite. *Int. J. Fatigue*, 24:319–326.
- [Deniz et Karakuzu, 2012] Deniz, M. E. et Karakuzu, R. (2012). Seawater effect on impact behavior of glass-epoxy composite pipes. *Composites Part B*, 43(3):1130–1138.
- [Deniz *et al.*, 2013] Deniz, M. E., Ozen, M., Ozdemir, O., Karakuzu, R. et Icten, B. M. (2013). Environmental effect on fatigue life of glass-epoxy composite pipes subjected to impact loading. *Composites Part B*, 44(1):304–312.
- [Dhakal *et al.*, 2012] Dhakal, H., Zhang, Z., Bennett, N. et Reis, P. (2012). Low-velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites : Influence of impactor geometry and impact velocity. *Compos. Struct.*, 94:2756–2763.
- [Dixon et Mood, 1948] Dixon, W. J. et Mood, A. M. (1948). A method for obtaining and analyzing sensitivity data. *J. Amer. Statist. Assoc.*, 43(241):109–126.
- [Djebbar et Salvia, 2013] Djebbar, A. et Salvia, M. (2013). Etude du comportement en fatigue et au choc de matériaux composites à fibres discontinues et matrices thermoplastiques. *21ème Congrès Français de Mécanique*, Bordeaux.

- [Echtermeyer *et al.*, 1995] Echtermeyer, A. T., Engh, B. et Buene, L. (1995). Lifetime and Young's modulus changes of glass/phenolic and glass/polyester composites under fatigue. *Composites*, 26(1):10–16.
- [Eslami *et al.*, 2015] Eslami, S., Honarbakhsh-Raouf, A. et Eslami, S. (2015). Effects of moisture absorption on degradation of e-glass fiber reinforced vinyl ester composite pipes and modelling of transient moisture diffusion using finite element analysis. *Corros. Sci.*, 90:168–175.
- [FD CEN/TR 15729, 2011] FD CEN/TR 15729 (2011). Systèmes de canalisations en plastique - plastiques thermodurcissables renforcés par du verre (PRV) à base de résine de polyester non saturé (UP) - rapport sur la détermination de l'abrasion moyenne après un nombre défini de cycles d'essai.
- [Felder et Montmitonnet, 2015] Felder, E. et Montmitonnet, P. (2015). Théorie de l'usure - mesure, caractérisation des contacts et vitesse d'usure. *Techniques de l'ingénieur : Mécanique - Frottement, usure et lubrification*.
- [Fiore *et al.*, 1986] Fiore, L., Frangville, P. et Vincent, L. (1986). Mise au point d'un essai de fatigue en flexion pour la caractérisation de matériaux composites. *Matériaux et techniques*, 74(3-4):71–72.
- [Franco *et al.*, 2011] Franco, G. D., Marannano, G., Pasta, A. et Mariotti, G. V. (2011). Design and use of a fatigue test machine in plane bending for composite specimens and bonded joints. *Advances in Composites Materials - Ecodesign and Analysis*, pages 491–516.
- [Ganem, 1992] Ganem, M. (1992). Etude de la structure et de la tenue à l'hydrolyse des matériaux vinylesters. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Gavrus, 1996] Gavrus, A. (1996). Identification automatique des paramètres rhéologiques par analyse inverse. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris.
- [Gay, 2005] Gay, D. (2005). Matériaux composites 5^e édition révisée. Hermès Science.
- [Gemi *et al.*, 2009] Gemi, L., Tarakçioğlu, N., Akdemir, A. et Sahin, O. S. (2009). Progressive fatigue failure behavior of glass/epoxy $\pm$ 75 degrees filament-wound pipes under pure internal pressure. *Mater. Design*, 30:4293–4298.
- [Gerard *et al.*, 1990] Gerard, J., Perret, P. et Chabert, B. (1990). Study of carbon/epoxy interface (or interphase) : Effect of surface treatment of carbon fibers on the dynamic mechanical behavior of carbon/epoxy unidirectional composites. *Controlled Interphases in Composites Materials*, pages 449–456.
- [Ghorbel et Valentin, 1993] Ghorbel, I. et Valentin, D. (1993). Hydrothermal effects on the physico-chemical properties of pure and glass fiber reinforced polyester and vinyl ester resins. *Polym. Composite*, 14(4):324–334.
- [Gillespie, 1988] Gillespie, L. (1988). Troubleshooting manufacturing processes, chapitre 5. Composites. Technology and engineering.

- [Godin *et al.*, 2006] Godin, N., Huguet, S. et Gaertner, R. (2006). Influence of hydrolytic ageing on the acoustic emission signatures of damage mechanisms occurring during tensile tests on a polyester composite : Application of a kohonen's map. *Compos. Struct.*, 72(1):79–85.
- [Guillaumat, 1994] Guillaumat, L. (1994). Microfissuration des CMCs : relation avec la microstructure et le comportement mécanique. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I.
- [Hahn *et al.*, 1993] Hahn, H., Kempner, E. et Lee, S. (1993). The stress development during filament winding of thick cylinders. *Compos. Manuf.*, 4(3).
- [Halary, 1992] Halary, J. (1992). Influence de la prise d'humidité sur les propriétés dynamiques mécaniques de réseaux époxy modèles. *Annales des Composites*, 1-2:103–112.
- [Heman, 2008] Heman, M.-B. (2008). Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygrothermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcés de fibres de verre. Thèse de doctorat, Université du Sud Toulon-Var.
- [Herzog *et al.*, 2005] Herzog, B., Gardner, D. J., Lopez-Anido, R. et Goodell, B. (2005). Glass transition temperature based on dynamic mechanical thermal analysis techniques as an indicator of the adhesive performance of vinyl ester resin. *J. Appl. Polym. Sci.*, 97(6):2221–2229.
- [Hild et Roux, 2008] Hild, F. et Roux, S. (2008). CORRELIQ4 : A software for “finite-element” displacement field measurements by digital image correlation.
- [Hou *et al.*, 2013] Hou, Y., Hu, H., Sun, B. et Gu, B. (2013). Strain rate effects on tensile failure of 3-D angle-interlock woven carbon fabric. *Mater. Design*, 46:857–866.
- [Huguet *et al.*, 2002] Huguet, S., Godin, N., Gaertner, R., Salmon, L. et Villard, D. (2002). Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester. *Compos. Sci. Technol.*, 62(10–11):1433–1444.
- [Humeau *et al.*, 2016] Humeau, C., Davies, P. et Jacquemin, F. (2016). Moisture diffusion under hydrostatic pressure in composites. *Mater. Design*, 96:90–98.
- [Imielińska et Guillaumat, 2004] Imielińska, K. et Guillaumat, L. (2004). The effect of water immersion ageing on low-velocity impact behaviour of woven aramid–glass fibre/epoxy composites. *Compos. Sci. Technol.*, 64(13-14):2271–2278.
- [Imielińska *et al.*, 2008] Imielińska, K., Guillaumat, L., Wojtyra, R. et Castaings, M. (2008). Effects of manufacturing and face/core bonding on impact damage in glass/polyester–PVC foam core sandwich panels. *Composites Part B*, 39(6):1034–1041.
- [ISO 1268-5, 2001] ISO 1268-5 (2001). Plastiques renforcés de fibres - méthodes de fabrication de plaques d'essai. Partie 5 : Moulage par enroulement filamentaire.
- [ISO 527-2, 1993] ISO 527-2 (1993). Plastiques - détermination des propriétés en traction. Partie 2 : Conditions d'essais des plastiques pour moulage et extrusion.

- [Jones *et al.*, 1983] Jones, C., Dickson, R., Adam, T., Reiter, H. et Harris, B. (1983). Environmental fatigue of reinforced plastics. *Composites*, 14(3):288–293.
- [Karbhari, 2006] Karbhari, V. M. (2006). Dynamic mechanical analysis of the effect of water on e-glass/vinylester composites. *J. Reinf. Plast. Comp.*, 25(6):631–644.
- [Karimpour *et al.*, 2013] Karimpour, M., Balint, D., Rzepiejewska-Malyska, K., Szerling, A., Michler, J. et Li, J. (2013). An inverse method for extracting the mechanical properties of the constituent materials of a multilayer from nanoindentation data. *Comp. Mater. Sci.*, 68:384–390.
- [Kennedy et Eberhart, 1995] Kennedy, J. et Eberhart, R. C. (1995). Particle swarm optimization. *Proceedings of IEEE International Conference on Neural Networks*, pages NJ. 1942–1948, Piscataway.
- [Kim et Lee, 2007] Kim, J. et Lee, D. (2007). Measurement of residual stresses in thick composite cylinders by the radial-cut-cylinder-bending method. *Compos. Struct.*, 77:444–456.
- [Kim *et al.*, 1997] Kim, S., Goo, N. et Kim, T. (1997). The effect of curvature on the dynamic response and impact-induced damage in composite laminates. *Compos. Sci. Technol.*, 57:763–773.
- [Kistler et Waas, 1999] Kistler, L. et Waas, A. (1999). On the response of curved laminated panels subjected to transverse impact loads. *Int. J. Solids Struct.*, 36(9):1311–27.
- [Kosmann *et al.*, 2015] Kosmann, N., Karsten, J., Schuett, M., Schulte, K. et Fiedler, B. (2015). Determining the effect of voids in GFRP on the damage behaviour under compression loading using acoustic emission. *Composites Part B*, 70:184–188.
- [Kosmann *et al.*, 2014] Kosmann, N., Riecken, B., Schmutzler, H., Knoll, J., Schulte, K. et Fiedler, B. (2014). Evaluation of a critical impact energy in GFRP under fatigue loading. *Compos. Sci. Technol.*, 102:28–34.
- [Kotik et Ipiña, 2015] Kotik, H. et Ipiña, J. P. (2015). Influence of unifilo ply in the interlaminar shear fatigue resistance of GFRP. *Procedia Materials Science*, 8:139–147.
- [Krawczak, 1997] Krawczak, P. (1997). Essais des plastiques renforcés. *Techniques de l'ingénieur : Caractérisation et propriétés d'usage des composites*.
- [Lacoste *et al.*, 2013] Lacoste, E., Szymanska, K., Terekhina, S., Fréour, S., Jacquemin, F. et Salvia, M. (2013). A multi-scale analysis of local stresses development during the cure of a composite tooling material. *International Journal of Material Forming*, 6(4):467–482.
- [Lascoup *et al.*, 2010] Lascoup, B., Aboura, Z., Khellil, K. et Benzeggagh, M. (2010). Impact response of three-dimensional stitched sandwich composite. *Compos. Struct.*, 92:347–353.

- [Lazuardi, 1998] Lazuardi, D. (1998). Une approche du rôle des contraintes internes liées à l'élaboration sur le comportement ses composites stratifiés. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté.
- [Ledru, 2009] Ledru, Y. (2009). Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques. Thèse de doctorat, Université de Toulouse.
- [Lepesant, 2013] Lepesant, P. (2013). Mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température : Etude et modélisation phénoménologique. Thèse de doctorat, Université de Toulouse.
- [Li, 1998] Li, H. (1998). Synthesis, characterization and properties of vinyl ester matrix resins. Thèse de doctorat, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University.
- [Lévêque *et al.*, 2005] Lévêque, D., Schieffer, A., Mavel, A. et Maire, J.-F. (2005). Analysis of how thermal aging affects the long-term mechanical behavior and strength of polymer–matrix composites. *Compos. Sci. Technol.*, 65:395–401.
- [Mabru, 2012] Mabru, C. (2012). Etats de surface - matériaux de surface : Résistance à l'endommagement (HDR).
- [Madra *et al.*, 2014] Madra, A., Hajj, N. E. et Benzeggagh, M. (2014). X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic. *Compos. Sci. Technol.*, 95:50–58.
- [Manjunatha *et al.*, 2010] Manjunatha, C. M., Taylor, A. C., Kinloch, A. J. et Sprenger, S. (2010). The tensile fatigue behavior of a gfrp composite with rubber particle modified epoxy matrix. *J. Reinf. Plast. Compos.*, 29(14):2170–2183.
- [Marque, 2009] Marque, G. (2009). Absorption de l'eau par les polymères. Thèse de doctorat, Université de Savoie.
- [Maurin *et al.*, 2008] Maurin, R., Perrot, Y., Bourmaud, A., Davies, P. et Baley, C. (2008). Seawater ageing of low styrene emission resins for marine composites : Mechanical behaviour and nano-indentation studies. *Composites Part A*, 40:1024–1032.
- [May et Hallett, 2010] May, M. et Hallett, S. R. (2010). An assessment of through-thickness shear tests for initiation of fatigue failure. *Composites Part A*, 41:1570–1578.
- [Medysys, 2013] Medysys (2013). Etude du comportement intra laminaire des stratifiés post endommagement.
- [Mertiny et Ellyin, 2002] Mertiny, P. et Ellyin, F. (2002). Influence of the filament winding tension on physical and mechanical properties of reinforced composites. *Composites Part A*, 33:1615–1622.
- [Minak *et al.*, 2010] Minak, G., Abrate, S., Ghelli, D., Panciroli, R. et Zucchelli, A. (2010). Low-velocity impact on carbon/epoxy tubes subjected to torque – experimental results, analytical models and FEM analysis. *Compos. Struct.*, 92:623–632.

- [Minak et Ghelli, 2008] Minak, G. et Ghelli, D. (2008). Influence of diameter and boundary conditions on low velocity impact response of cfrp circular laminated plates. *Composites Part B*, 39(6):962–972.
- [Mitrevski *et al.*, 2006] Mitrevski, T., Marshall, I., Thomson, R. et Jones, R. (2006). Low-velocity impacts on preloaded GFRP specimens with various impactor shapes. *Compos. Struct.*, 76:209–217.
- [Mohammad Sadeghi, 2010] Mohammad Sadeghi, B. (2010). Analyse et identification du comportement mécanique d’aciers à effet TRIP à partir de mesures de champs cinématiques. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers.
- [Morii *et al.*, 1997] Morii, T., Ikuta, N., Kiyosumi, K. et Hamada, H. (1997). Weight-change analysis of the interphase in hygrothermally aged frp : Consideration of debonding. *Composites Science and Technology*, 57(8):985–990.
- [NF EN 1228, 1996] NF EN 1228 (1996). Systèmes de canalisations en plastiques - tubes en plastiques thermodurcissables renforcés de verre (PRV). Détermination de la rigidité annulaire spécifique initiale.
- [NF EN 1393, 1996] NF EN 1393 (1996). Systèmes de canalisations en plastiques - tubes en plastiques thermodurcissables renforcés de verre (PRV). Détermination des propriétés initiales en traction longitudinale.
- [NF EN 1394, 1996] NF EN 1394 (1996). Systèmes de canalisations en plastiques - tubes en plastiques thermodurcissables renforcés de verre (PRV). Détermination de la résistance en traction circonférentielle initiale apparente.
- [NF EN 295-3, 2012] NF EN 295-3 (2012). Systèmes de tuyaux et accessoires en grès vitrifié pour les collecteurs et branchements d’assainissement - partie 3 : méthodes d’essai.
- [NF EN ISO 1172, 1999] NF EN ISO 1172 (1999). Plastiques renforcés de verre textile - préimprégnés, compositions de moulage et stratifiés. Détermination des taux de verre textile et de charge minérale - Méthodes par calcination.
- [NF EN ISO 1183-1, 2013] NF EN ISO 1183-1 (2013). Plastiques — méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires. Partie 1 : Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage.
- [NF EN ISO 14130, 1998] NF EN ISO 14130 (1998). Composites plastiques renforcés de fibres - détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent par essai de flexion sur appuis rapprochés.
- [NF EN ISO 4288, 1998] NF EN ISO 4288 (1998). Spécification géométrique des produits (gps) - État de surface : méthode du profil - règles et procédures pour l’évaluation de l’état de surface.
- [NF EN ISO 62, 2008] NF EN ISO 62 (2008). Plastiques - détermination de l’absorption d’eau.

- [NF T51 120-3, 1995] NF T51 120-3 (1995). Plastiques et composites - détermination des propriétés de fatigue en flexion - partie 3 : Essai en flexion trois points sur éprouvettes non encastrées.
- [Nizeyimana, 2012] Nizeyimana, F. (2012). Etude du vieillissement hydrolytique et thermo-oxydatif de blindages neutroniques. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Oliveira *et al.*, 2010] Oliveira, A. L. B. M. d., Garcia, P. P. N. S., Santos, P. A. d. et Campos, J. l. D. B. (2010). Surface roughness and hardness of a composite resin : influence of finishing and polishing and immersion methods. *Mater. Res.*, 13:409–415.
- [Pannell, 1996] Pannell, S. D. (1996). Composites joined with precured, z-pinned strips.
- [Pauchard, 2001] Pauchard, V. (2001). Etude des mécanismes de rupture des fibres dans les composites UD verre/epoxy sous sollicitation de fatigue longitudinale en milieu humide : application d'un modèle de corrosion sous contrainte. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon.
- [Pays, 1997] Pays, M. (1997). Composite piping : basic materials, manufacturing methods, hydrolysis resistance bibliographical data and state of the art. Rapport technique 28, EDF.
- [Perret, 1988] Perret, P. (1988). Caractérisation des réseaux polyépoxy : étude des zones interfaciales dans les composites unidirectionnels fibres de carbone-matrice polyépoxy dgeba-ddm. Thèse de doctorat, Université de Lyon. Thèse de doctorat dirigée par Chabert, Bernard Sciences. Matériaux macromoléculaires et composites Lyon 1 1988.
- [Perrot, 2006] Perrot, Y. (2006). Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - cas des résines polyester limitant les émissions de styrène. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud.
- [Petit *et al.*, 2007] Petit, S., Bouvet, C., Bergerot, A. et Barrau, J. (2007). Impact and compression after impact experimental study of a composite laminate with a cork thermal shield. *Compos. Sci. Technol.*, 67:3286–3299.
- [Pham, 2013] Pham, T. T. (2013). Caractérisation expérimentale et numérique de la dégradation des réservoirs hyperbares en composite bobine soumis à des chocs. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.
- [Pilato, 2011] Pilato, A. (2011). Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.
- [Provost, 2013] Provost, B. (2013). Etude et évaluation d'une solution composite à renfort tissé interlock pour la protection balistique de véhicule. Thèse de doctorat, Université de Lille Nord.

- [Rabbe *et al.*, 2017] Rabbe, P., Lieurade, H.-P. et Galtier, A. (2017). Essais de fatigue - partie I. *Techniques de l'ingénieur : Essais mécaniques sur les métaux et alliages*.
- [Regazzi, 2013] Regazzi, A. (2013). Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposites pla/lin. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris.
- [Renard, 2010] Renard, J. (2010). Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues. *Techniques de l'ingénieur : Caractérisation et propriétés d'usage des composites*.
- [Rosenow, 1984] Rosenow, M. (1984). Wind angle effects in glass fibre-reinforced polyester filament wound pipes. *Composites*, 15(2):144–152.
- [Roudet, 1998] Roudet, F. (1998). Comportement en flexion trois points avec cisaillement prépondérant de composites verre/epoxyde unidirectionnels : sous chargements monotone et cyclique. Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille.
- [Saghafi *et al.*, 2014] Saghafi, H., Minak, G. et Zucchelli, A. (2014). Effect of preload on the impact response of curved composite panels. *Composites*, B(60):74–81.
- [Sari *et al.*, 2012] Sari, M., Karakuzu, R., Deniz, M. E. et Icten, B. M. (2012). Residual failure pressures and fatigue life of filament wound composite pipes subjected to lateral impact. *J. Compos. Mater.*, 46:1787–1794.
- [Sawpan *et al.*, 2012] Sawpan, M. A., Holdsworth, P. G. et Renshaw, P. (2012). Glass transitions of hygrothermal aged pultruded glass fibre reinforced polymer rebar by dynamic mechanical thermal analysis. *Mater. Design*, 42:272 – 278.
- [Schmidt *et al.*, 2012] Schmidt, F., Rheinfurth, M., Horst, P. et Busse, G. (2012). Multiaxial fatigue behaviour of GFRP with evenly distributed or accumulated voids monitored by various NDT methodologies. *Int. J. Fatigue*, 43:207–216.
- [Schoeppner et Abrate, 2000] Schoeppner, G. et Abrate, S. (2000). Delamination threshold loads for low velocity impact on composite laminates. *Composites Part A*, 31:903–915.
- [Schulte *et al.*, 1993] Schulte, K., Friedrich, K. et Jacobs, O. (1993). Chapter 18 - fretting and fretting fatigue of advanced composite laminates. Friedrich, K., éditeur : *Advances in Composite Tribology*, volume 8 de *Composite Materials Series*, pages 669–722. Elsevier.
- [Selzer et Friedrich, 1997] Selzer, R. et Friedrich, K. (1997). Mechanical properties and failure behaviour of carbon fibre-reinforced polymer composites under the influence of moisture. *Composites Part A*, 28A:595–604.
- [Serani *et al.*, 2016] Serani, A., Leotardi, C., Iemma, U., Campana, E., Fasano, G. et M.Diez (2016). Parameter selection in synchronous and asynchronous deterministic

- particle swarm optimization for ship hydrodynamics problems. *Appl Soft Comput*, 49:313–334.
- [Sevkat *et al.*, 2013] Sevkat, E., Liaw, B. et Delale, F. (2013). Drop-weight impact response of hybrid composites impacted by impactor of various geometries. *Mater. Design*, 52:67–77.
- [Short *et al.*, 2002] Short, G., Guild, F. et Pavier, M. (2002). Delaminations in flat and curved composite laminates subjected to compressive load. *Compos. Struct.*, 58:249–258.
- [Silva de Vasconcellos, 2013] Silva de Vasconcellos, D. (2013). Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre-époxy. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique.
- [Sobrinho *et al.*, 2009] Sobrinho, L. L., Ferreira, M. et Bastian, F. L. (2009). The effects of water absorption on an ester vinyl resin system. *Mater. Res.*, 12(3):353–361.
- [Tan *et al.*, 2012] Tan, K., Watanabe, N., Iwahori, Y. et Ishikawa, T. (2012). Understanding effectiveness of stitching in suppression of impact damage : An empirical delamination reduction trend for stitched composites. *Composites Part A*, 43:823–832.
- [Tanzawa *et al.*, 1999] Tanzawa, Y., Watanabe, N. et Ishikawa, T. (1999). Interlaminar fracture toughness of 3-D orthogonal interlocked fabric composites. *Compos. Sci. Technol.*
- [Tarakçioğlu *et al.*, 2005] Tarakçioğlu, N., Gemi, L. et Yapici, A. (2005). Fatigue failure behavior of glass/epoxy ± 55 degrees filament wound pipes under internal pressure. *Compos. Sci. Technol.*, 65:703–708.
- [Terekhina *et al.*, 2013] Terekhina, S., Mille, M., Fayolle, B. et Colin, X. (2013). Oxidation induced changes in viscoelastic properties of a thermostable epoxy matrix. *Polymer Science Series A*, 55(10):614–624.
- [Terekhina *et al.*, 2011] Terekhina, S., Salvia, M. et Fouvry, S. (2011). Contact fatigue and wear behaviour of bismaleimide polymer subjected to fretting loading under various temperature conditions. *Tribol. Int.*, 44(4):396–408.
- [Theocaris *et al.*, 1985] Theocaris, P. S., Sideridis, E. P. et Papanicolaou, G. C. (1985). The elastic longitudinal modulus and poisson’s ratio of fiber composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 4:396–418.
- [Thomason, 1995] Thomason, J. (1995). The interface region in glass fibre-reinforced epoxy resin composites : 2. water absorption, voids and the interface. *Composites*, 26(7):477–485.
- [Timoshenko, 1966] Timoshenko, S. (1966). Théorie de la stabilité élastique.
- [Tual, 2015] Tual, N. (2015). Durabilité des composites carbone/époxy pour applications pales d’hydroliennes. Thèse de doctorat, Université de Bretagne occidentale.

- [Uyaner *et al.*, 2014] Uyaner, M., Kara, M. et Sahin, A. (2014). Fatigue behavior of filament wound E-glass/epoxy composite tubes damaged by low velocity impact. *Composites Part B*, 61:358–364.
- [Vargel, 2005] Vargel, C. (2005). Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. *Techniques de l'ingénieur : Matériaux - Étude et propriétés des métaux*.
- [Varna *et al.*, 1995] Varna, J., Joffe, R., Berglund, L. et Lundström, T. (1995). Effect of voids on failure mechanisms in RTM laminates. *Compos. Sci. Technol.*, 53(2):241–249.
- [Vauthier, 1996] Vauthier, E. (1996). Durabilité et vieillissement hygrothermique de composites verre-époxy soumis à des sollicitations de fatigue. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon.
- [Westphal, 2014] Westphal, O. (2014). Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy : détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto-échauffement. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- [Wexler et Hasegawa, 1954] Wexler, A. et Hasegawa, S. (1954). Relative humidity-temperature relationships of some saturated salt solutions in the temperature range 0°C to 50°C. *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, 53(1).
- [Whitney et Browning, 1985] Whitney, J. et Browning, C. (1985). On short-beam shear tests for composite materials. *International Congress on Experimental Mechanics*, Montreal.
- [Yuanjian et Isaac, 2008] Yuanjian, T. et Isaac, D. (2008). Combined impact and fatigue of glass fiber reinforced composites. *Composites Part B*, 39:505–512.
- [Zheng et Liao, 2016] Zheng, Y. et Liao, Y. (2016). Parameter identification of nonlinear dynamic systems using an improved particle swarm optimization. *Optik – Int J Light Electron Op*, 127(19):7865–7874.
- [Zuluaga-Ramírez *et al.*, 2015] Zuluaga-Ramírez, P., Frövel, M., Belenguer, T. et Salazar, F. (2015). Non contact inspection of the fatigue damage state of carbon fiber reinforced polymer by optical surface roughness measurements. *NDT and E Int.*, 70:22–28.

Annexe A

Essais normalisés

La partie suivante présente trois essais normalisés pour une caractérisation du matériau composite sous forme de tube ou de tronçon de tube.

A.1 Traction sur éprouvettes courbes (NF EN 1393)

L'intérêt se porte tout particulièrement sur la méthode appelée A dans la norme NF EN 1393 [NF EN 1393, 1996]. Elle se rapporte à des éprouvettes bandes à bords parallèles (figure A.1) lorsqu'elles sont extraites de tubes dont le diamètre nominal dépasse 50 mm et comprenant des fibres enroulées selon la circonférence.

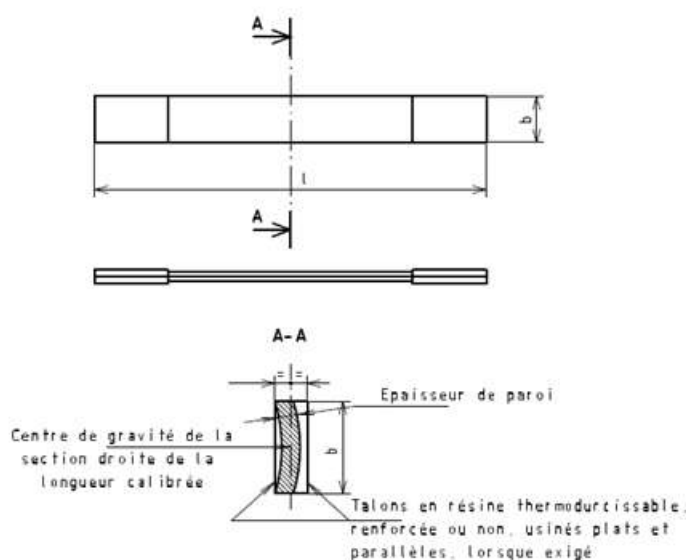


FIGURE A.1 – Éprouvettes courbes en bande à bords parallèles (méthode A NF-EN-1393) [NF EN 1393, 1996]

La norme préconise d'utiliser des éprouvettes de 300 mm x 50 mm et de fabriquer des talons sur mesure en résine thermodurcissable pour chaque éprouvette ou des mors

qui pourraient servir pour plusieurs éprouvettes. L'essai est validé dès que la rupture a lieu dans la zone utile, *i.e.* en dehors des zones d'attaches (mors). Cette méthode permet la détermination de la résistance à la traction longitudinale, du module d'élasticité du matériau dans le sens axial et du pourcentage d'allongement ultime. Les deux premières propriétés nous intéressent particulièrement pour la caractérisation du matériau.

A.2 Traction circonférentielle d'un anneau (NF EN 1394)

La méthode B de la norme NF EN 1394 [NF EN 1394, 1996] consiste à monter un anneau du matériau à tester sur deux demi-disques et à créer une charge afin de les séparer et ce jusqu'à la rupture de l'anneau (figure A.2). La méthode n'est pas applicable aux tubes comprenant des couches de renfort réalisées par enroulement hélicoïdal. Cette technique permet obtenir la résistance initiale apparente en traction par unité de longueur dans le sens circonférentiel. Les modules élastique et à rupture du matériau dans le sens orthoradial sont ainsi accessibles.

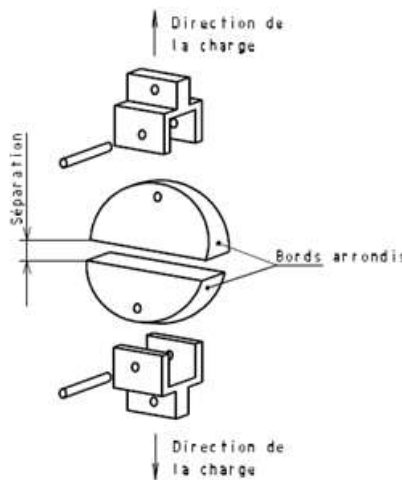


FIGURE A.2 – Montage des demi-disques (méthode B NF-EN-1394) [NF EN 1394, 1996]

A.3 Compression circonférentielle d'un anneau (NF EN 1228)

La compression circonférentielle, telle qu'elle est présentée dans la norme NF EN 1228 [NF EN 1228, 1996], réside dans le fait de comprimer un anneau dans le matériau souhaité entre deux plateaux ou deux barres (figure A.3). Avec cette méthode, on obtient la rigidité

annulaire spécifique initiale, permettant le calcul du module élastique du matériau dans le sens orthoradial.

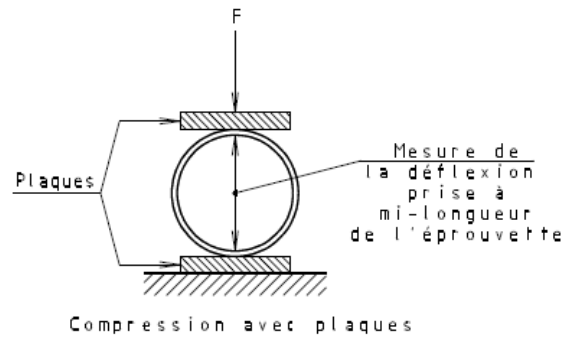


FIGURE A.3 – Dispositif d'essai de compression circonférentielle (NF-EN-1228)
[NF EN 1228, 1996]

Annexe B

Code python associé à l'optimisation par essaim de particules

Le code source est donné dans le cas de l'optimisation avec 8 paramètres et sans contrainte interne. Les solutions sont associées au tableau 3.14. L'optimisation se déroule en plusieurs étapes. Un fichier 'donnees.txt' est d'abord créé pour servir d'échangeur. Les données initiales y sont intégrées (dimensions de la pièce, valeur de la force, résultats expérimentaux, bornes des paramètres d'optimisation et taille de l'essaim). A chaque calcul numérique, les paramètres testés ainsi que les résultats numériques et la valeur de la fonction objectif associée sont écrits dans ce même fichier les uns à la suite des autres.

donnees.txt

```
#### DONNEES D'ENTREE
#dint 1 e f ##données expérimentales d'entrée##
#u_exp v_comp v_mouch u_mouch ##déplacements expérimentaux en sortie##
#di_c_45 de_c_45 di_c_0 de_c_0 di_c_90 de_c_90 ##déformations expérimentales en sortie##
#lbE1 ubE1 lbE2 ubE2 lbnu12l ubnu12 lbG12 ubG12 lbG13 ubG13 lbG23 ubG23
##bornes UD##
#lbEmat ubEmat lbnumat ubnumat ##bornes mat##
#swarmsize ##taille de l'essaim##
1500 300 20.3 600
-7.1 3.10 3.20 -3.82
-34.34E-06 26.21E-06 170.77E-06 -148.7E-06 -151.73E-06 123.23E-06
20000 45000 7000 9000 0.2 0.4 2000 3000 2000 3000 2000 3000
15000 25000 0.2 0.4
100

#### DONNEES DE SORTIE
#E1 E2 nu12 G12 G13 G23 Emat numat u_num vc vm um di_c_45 de_c_45 di_c_0 de_c_0 di_c_90 de_c_90 f
```

5 modules python sont construits afin de réaliser l'optimisation :

1. echtxt.py

2. pso_alea.py
3. calculAbaqus_dim.py
4. fobj.py
5. compil.py

Le code source de chacun des modules est présenté dans les sections suivantes.

Tout d'abord, un fichier 'echtxt.py' est créé afin de permettre de lire et d'écrire dans le fichier 'donnees.txt'.

Ensuite, la librairie *pyswarm*, comprenant la fonction PSO est utilisée. Cette fonction est reprise telle quelle dans le module 'pso_alea.py'.

Le module 'calculAbaqus_dim.py' incluant la construction du modèle Abaqus et la récupération des données numériques (déplacements et déformations) est élaboré.

La fonction objectif est ensuite codée dans le module 'fobj.py'.

Finalement, le dernier module 'compil.py' permet de regrouper l'ensemble des paramètres et appelle les autres modules pour le démarrage de l'optimisation. Il suffit ensuite de lancer la commande *abaqus cae -noGUI compil.py*. L'option *-noGUI* (Graphical User Interface) permet de ne pas afficher l'interface graphique et donc de réduire le temps de calcul une fois la procédure validée.

B.1 Module 1 : echtxt.py

```
import numpy as np

def lire(fich):
    """
    renvoie la liste des valeurs non commentées du fichier fich
    """
    F=open(fich+".txt","r") #ouverture de fich en lecture (read)
    for line in F:
        if line[0] == '#' : continue
        d,l,e,f,u,vc,vm,um,d1,d2,d3,d4,d5,d6,lb1,ub1,lb2,ub2,lb3,ub3,lb4,ub4,lb5,
        ub5,lb6,ub6,lb7,ub7,lb8,ub8,s = map(float,line.split())
        break
    F.close()

    return d,l,e,f,u,vc,vm,um,d1,d2,d3,d4,d5,d6,lb1,ub1,lb2,ub2,lb3,ub3,lb4,ub4,
        lb5,ub5,lb6,ub6,lb7,ub7,lb8,ub8,s

def ecrire(Para,fich):
    """
    ecrit dans le fichier fich, Para une liste de donnees entre crochets separees
    par des virgules
    """
```

```

Para = np.array(Para)
long = Para.size
F=open(fich+".txt","a") #ouverture du fichier en mode Appending, les nouvelles
    donnees sont automatiquement ajoutees a la fin
F.write('\n')
for i in range(long):
    a = str(Para[i])
    F.write(a)
    F.write('\t') #les donnees sont separees par une tabulation
F.close()

```

B.2 Module 2 : pso_alea.py

```

import numpy as np

def pso(func, lb, ub, ieqcons=[], f_ieqcons=None, args=(), kwargs={},
        swarmsize=100, omega=0.5, phip=0.5, phig=0.5, maxiter=100,
        minstep=1e-8, minfunc=1e-8, debug=False):
    """
    Perform a particle swarm optimization (PSO)

    Parameters
    =====
    func : function
        The function to be minimized
    lb : array
        The lower bounds of the design variable(s)
    ub : array
        The upper bounds of the design variable(s)

    Optional
    =====
    ieqcons : list
        A list of functions of length n such that ieqcons[j](x,*args) >= 0.0 in
        a successfully optimized problem (Default: [])
    f_ieqcons : function
        Returns a 1-D array in which each element must be greater or equal
        to 0.0 in a successfully optimized problem. If f_ieqcons is specified,
        ieqcons is ignored (Default: None)
    args : tuple
        Additional arguments passed to objective and constraint functions
        (Default: empty tuple)
    kwargs : dict
        Additional keyword arguments passed to objective and constraint
        functions (Default: empty dict)
    swarmsize : int
        The number of particles in the swarm (Default: 100)

```

```

omega : scalar
    Particle velocity scaling factor (Default: 0.5)
pkip : scalar
    Scaling factor to search away from the particle's best known position
    (Default: 0.5)
pkig : scalar
    Scaling factor to search away from the swarm's best known position
    (Default: 0.5)
maxiter : int
    The maximum number of iterations for the swarm to search (Default: 100)
minstep : scalar
    The minimum stepsize of swarm's best position before the search
    terminates (Default: 1e-8)
minfunc : scalar
    The minimum change of swarm's best objective value before the search
    terminates (Default: 1e-8)
debug : boolean
    If True, progress statements will be displayed every iteration
    (Default: False)

Returns
=====
g : array
    The swarm's best known position (optimal design)
f : scalar
    The objective value at 'g'

"""

assert len(lb)==len(ub), 'Lower- and upper-bounds must be the same length'
assert hasattr(func, '__call__'), 'Invalid function handle'
lb = np.array(lb)
ub = np.array(ub)
assert np.all(ub>lb), 'All upper-bound values must be greater than lower-bound values'

vhigh = np.abs(ub - lb)
vlow = -vhigh

# Check for constraint function(s) #####
obj = lambda x: func(x, *args, **kwargs)
if f_ieqcons is None:
    if not len(ieqcons):
        if debug:
            print('No constraints given.')
        cons = lambda x: np.array([0])
    else:
        if debug:

```

```

        print('Converting ieqcons to a single constraint function')
        cons = lambda x: np.array([y(x, *args, **kwargs) for y in ieqcons])
    else:
        if debug:
            print('Single constraint function given in f_ieqcons')
            cons = lambda x: np.array(f_ieqcons(x, *args, **kwargs))

def is_feasible(x):
    check = np.all(cons(x)>=0)
    return check

# Initialize the particle swarm #####
S = swarmsize
D = len(lb) # the number of dimensions each particle has
x = np.random.rand(S, D) # particle positions
v = np.zeros_like(x) # particle velocities
p = np.zeros_like(x) # best particle positions
fp = np.zeros(S) # best particle function values
g = [] # best swarm position
fg = 1e100 # artificial best swarm position starting value

for i in range(S):
    # Initialize the particle's position
    x[i, :] = lb + x[i, :]*(ub - lb)

    # Initialize the particle's best known position
    p[i, :] = x[i, :]

    # Calculate the objective's value at the current particle's
    fp[i] = obj(p[i, :])

    # At the start, there may not be any feasible starting point, so just
    # give it a temporary "best" point since it's likely to change
    if i==0:
        g = p[0, :].copy()

    # If the current particle's position is better than the swarm's,
    # update the best swarm position
    if fp[i]<fg and is_feasible(p[i, :]):
        fg = fp[i]
        g = p[i, :].copy()

    # Initialize the particle's velocity
    v[i, :] = vlow + np.random.rand(D)*(vhigh - vlow)

# Iterate until termination criterion met #####
it = 1

```

```

while it<=maxiter:
    rp = np.random.uniform(size=(S, D))
    rg = np.random.uniform(size=(S, D))
    for i in range(S):

        # Update the particle's velocity
        v[i, :] = omega*v[i, :] + phip*rp[i, :]*(p[i, :] - x[i, :]) + \
            phig*rg[i, :]*(g - x[i, :])

        # Update the particle's position, correcting lower and upper bound
        # violations, then update the objective function value
        x[i, :] = x[i, :] + v[i, :]
        mark1 = x[i, :]<lb
        mark2 = x[i, :]>ub
        x[i, mark1] = lb[mark1]
        x[i, mark2] = ub[mark2]
        fx = obj(x[i, :])

        # Compare particle's best position (if constraints are satisfied)
        if fx<fp[i] and is_feasible(x[i, :]):
            p[i, :] = x[i, :].copy()
            fp[i] = fx

        # Compare swarm's best position to current particle's position
        # (Can only get here if constraints are satisfied)
        if fx<fg:
            if debug:
                print('New best for swarm at iteration {:}:
                    {:} {:}'.format(it, x[i, :], fx))

            tmp = x[i, :].copy()
            stepsize = np.sqrt(np.sum((g-tmp)**2))
            if np.abs(fg - fx)<=minfunc:
                print('Stopping search: Swarm best objective change less
                    than {:}'.format(minfunc))
                return tmp, fx
            elif stepsize<=minstep:
                print('Stopping search: Swarm best position change less
                    than {:}'.format(minstep))
                return tmp, fx
            else:
                g = tmp.copy()
                fg = fx

    if debug:
        print('Best after iteration {:}: {:} {:}'.format(it, g, fg))
    it += 1

```

```

print('Stopping search: maximum iterations reached --> {}'.format(maxiter))

if not is_feasible(g):
    print("However, the optimization couldn't find a feasible design. Sorry")
return g, fg

```

B.3 Module 3 : calculAbaqus_dim.py

```

def Abaqus(E1, E2, nu12, G12, G13, G23, Emat, numat, diam_valeur, long_valeur, ep_valeur,
    force_valeur):
    # -*- coding: mbcs -*-
    """
    renvoie 4 déplacements et 6 déformations par un calcul Abaqus suivant les paramètres d'entrée
    """

    #import des fonctions nécessaires dans Abaqus
    from part import *
    from material import *
    from section import *
    from assembly import *
    from step import *
    from interaction import *
    from load import *
    from mesh import *
    from optimization import *
    from job import *
    from sketch import *
    from visualization import *
    from connectorBehavior import *
    path = '/home/folder' #chemin d'accès au dossier de calcul
    r_int = diam_valeur/2.0 #rayon interieur
    ep_mat = 2.5 #épaisseur couche de mat
    ep_pli = (ep_valeur-ep_mat)/42.0 #épaisseur d'un pli
    r_ext = r_int + ep_valeur #rayon exterieur
    r_moy = r_int + ep_valeur/2.0 #rayon moyen
    longueur = long_valeur#/2.0 #longueur de l'anneau (/2 si quart de modele)
    force_mod = force_valeur#/4.0 #force applique (/4 si quart de modele)

    ##### CONSTRUCTION DU MODELE ABAQUS #####

    ### Part
    # cercle de rayon r_moy de type 3D deformable
    mdb.models.changeKey(fromName='Model-1', toName='Model-1')
    mdb.models['Model-1'].ConstrainedSketch(name='__profile__', sheetSize=longueur)
    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].CircleByCenterPerimeter(center=(
        0.0, 0.0), point1=(0.0, r_moy))
    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].RadialDimension(curve=

```



```

        mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry[2], radius=r_moy,
        textPoint=(0, r_moy))
mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=THREE_D, name='anneau', type=
    DEFORMABLE_BODY)
mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].BaseShellExtrude(depth=longueur, sketch=
    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'])
del mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__']

### Material
# definitions des parametres du pli UD et du mat
mdb.models['Model-1'].Material(name='composite')
mdb.models['Model-1'].materials['composite'].Elastic(table=((E1, E2, nu12,
    G12, G13, G23), ), type=LAMINA) #definition du materiau composite (unites : MPa)
mdb.models['Model-1'].Material(name='mat')
mdb.models['Model-1'].materials['mat'].Elastic(table=((Emat, numat), ), type=ISOTROPIC)
    #definition du mat

#construction de l'empilement
mdb.models['Model-1'].CompositeShellSection(idealization=NO_IDEALIZATION,
    integrationRule=SIMPSON, layup=(SectionLayer(thickness=ep_mat, material='mat',
    plyName='anticorro'), SectionLayer(thickness=3*ep_pli,
    material='composite', plyName='1'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
    orientAngle=90.0, material='composite', plyName='2'), SectionLayer(
    thickness=ep_pli, material='composite', plyName='3'), SectionLayer(
    thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite', plyName='4'),
    SectionLayer(thickness=ep_pli, material='composite', plyName='5'),
    SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite',
    plyName='6'), SectionLayer(thickness=ep_pli, material='composite',
    plyName='7'), SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0,
    material='composite', plyName='8'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
    material='composite', plyName='9'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
    orientAngle=90.0, material='composite', plyName='10'), SectionLayer(
    thickness=3*ep_pli, material='composite', plyName='11'), SectionLayer(
    thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite', plyName='12'),
    SectionLayer(thickness=2*ep_pli, material='composite', plyName='13'),
    SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite',
    plyName='14'), SectionLayer(thickness=2*ep_pli, material='composite',
    plyName='15'), SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0,
    material='composite', plyName='16'), SectionLayer(thickness=2*ep_pli,
    material='composite', plyName='17'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
    orientAngle=90.0, material='composite', plyName='18'), SectionLayer(
    thickness=2*ep_pli, material='composite', plyName='19'), SectionLayer(
    thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite', plyName='20'),
    SectionLayer(thickness=4*ep_pli, material='composite', plyName='21'),
    SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite',
    plyName='22'), SectionLayer(thickness=ep_pli, material='composite',
    plyName='23'), SectionLayer(thickness=ep_pli, orientAngle=90.0,

```

```

material='composite', plyName='24'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
material='composite', plyName='25'), SectionLayer(thickness=ep_pli,
orientAngle=90.0, material='composite', plyName='26'), SectionLayer(
thickness=ep_pli, material='composite', plyName='27'), SectionLayer(
thickness=ep_pli, orientAngle=90.0, material='composite', plyName='28'),
SectionLayer(thickness=3*ep_pli, material='composite', plyName='29')), name=
'Section-1', poissonDefinition=DEFAULT, preIntegrate=OFF, symmetric=False,
temperature=GRADIENT, thicknessModulus=None, thicknessType=UNIFORM,
useDensity=OFF)

mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].Set(faces=
    mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].faces.getSequenceFromMask(('[#1 ]', ),
    ), name='cote_anneau') #definition d'un set pour l'orientation des couches de composite
mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].SectionAssignment(offset=0.0,
    offsetField='', offsetType=MIDDLE_SURFACE, region=
    mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].sets['cote_anneau'], sectionName=
    'Section-1', thicknessAssignment=FROM_SECTION)
mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].MaterialOrientation(
    additionalRotationType=ROTATION_NONE, axis=AXIS_1, fieldName='', localCsys=
    None, orientationType=GLOBAL, region=Region(
    faces=mdb.models['Model-1'].parts['anneau'].faces.getSequenceFromMask(
    mask=('[#1 ]', ), )))

### Assembly
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.DatumCsysByDefault(CARTESIAN)
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Instance(dependent=OFF, name='anneau-1',
    part=mdb.models['Model-1'].parts['anneau'])

#partitions pour application de l'effort
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionFaceByShortestPath(faces=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].faces.getSequenceFromMask(
    ('[#1 ]', ), ), point1=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].InterestingPoint(
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges[0], MIDDLE),
    point2=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].InterestingPoint(
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges[1], MIDDLE))

mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionEdgeByParam(edges=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges.getSequenceFromMask(
    ('[#8 ]', ), ), parameter=0.01)
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionEdgeByParam(edges=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges.getSequenceFromMask(
    ('[#20 ]', ), ), parameter=0.99)
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionEdgeByParam(edges=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges.getSequenceFromMask(
    ('[#4 ]', ), ), parameter=0.99)

```

```

mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionEdgeByParam(edges=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges.getSequenceFromMask(
        ('[#1 ]', ), ), parameter=0.01)

mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionFaceByShortestPath(faces=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].faces.getSequenceFromMask(
        ('[#1 ]', ), ), point1=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].vertices[6],
    point2=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].vertices[7])
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.PartitionFaceByShortestPath(faces=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].faces.getSequenceFromMask(
        ('[#1 ]', ), ), point1=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].vertices[6],
    point2=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].vertices[3])

### Step
#selection des donnees en sortie utiles
mdb.models['Model-1'].StaticStep(name='Step-1', previous='Initial')
mdb.models['Model-1'].steps['Step-1'].setValues(nlgeom=OFF)
mdb.models['Model-1'].fieldOutputRequests['F-Output-1'].setValues(variables=(
    'S', 'E', 'EE', 'PEEQ', 'PEMAG', 'LE', 'U', 'RF', 'CF', 'CSTRESS',
    'CDISP'))

### Load
#chargement de compression sur la surface superieure
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name='surf_chargement', side1Faces=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].faces.getSequenceFromMask(
        ('[#2 ]', ), ))
mdb.models['Model-1'].Pressure(amplitude=UNSET, createStepName='Step-1',
    distributionType=TOTAL_FORCE, field='', magnitude=force_mod, name='compression',
    region=mdb.models['Model-1'].rootAssembly-surfaces['surf_chargement'])
#charge en N

#encastrement de la ligne basse
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Set(edges=
    mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'].edges.getSequenceFromMask(
        ('[#4 ]', ), ), name='Set-3')
mdb.models['Model-1'].DisplacementBC(amplitude=UNSET, createStepName='Step-1',
    distributionType=UNIFORM, fieldName='', fixed=OFF, localCsys=None, name=
    'BC-3', region=mdb.models['Model-1'].rootAssembly-sets['Set-3'], u1=0.0,
    u2=0.0, u3=UNSET, ur1=0.0, ur2=0.0, ur3=0.0)

### Mesh
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedPartInstance(deviationFactor=0.1,
    minSizeFactor=0.1, regions=

```

```

        mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'], ), size=10.0)
        #taille de maille 10mm
mdb.models['Model-1'].rootAssembly.generateMesh(regions=(
        mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['anneau-1'], ))

### Job
mdb.Job(atTime=None, contactPrint=OFF, description='', echoPrint=OFF,
        explicitPrecision=SINGLE, getMemoryFromAnalysis=True, historyPrint=OFF,
        memory=90, memoryUnits=PERCENTAGE, model='Model-1', modelPrint=OFF,
        multiprocessingMode=DEFAULT, name='job_Model-1', nodalOutputPrecision=SINGLE,
        numCpus=1, numGPUs=0, queue=None, scratch='', type=ANALYSIS,
        userSubroutine='', waitHours=0, waitMinutes=0)
mdb.jobs['job_Model-1'].submit(consistencyChecking=OFF)
mdb.jobs['job_Model-1'].waitForCompletion()

#suppression du fichier dep0.rpt
os.system('rm -f dep0.rpt')

### Visualization
from abaqus import *
from abaqusConstants import *
session.Viewport(name='Viewport: 1', origin=(0.0, 0.0), width=227.782287597656,
        height=260.702789306641)
session.viewports['Viewport: 1'].makeCurrent()
session.viewports['Viewport: 1'].maximize()
from viewerModules import *
from driverUtils import executeOnCaeStartup
executeOnCaeStartup()
o2 = session.openOdb(name='job_Model-1.odb')
session.viewports['Viewport: 1'].setValues(displayedObject=o2)
session.viewports['Viewport: 1'].odbDisplay.display.setValues(plotState=(
        CONTOURS_ON_DEF, ))
odb = session.odbs[path+'/job_Model-1.odb'] #ouverture du job

#ecriture des resultats dans un fichier dep0.rpt
session.writeFieldReport(fileName=path+'/dep0.rpt', append=ON,
        sortItem='Node Label', odb=odb, step=0, frame=1, outputPosition=NODAL,
        variable=((('U', NODAL, ((COMPONENT, 'U1'), (COMPONENT, 'U2')), ),
        ('EE', INTEGRATION_POINT, ((COMPONENT, 'EE11'), (COMPONENT, 'EE22'),
        (COMPONENT, 'EE12')), ), ))

##### RECUPERATION DES DEPLACEMENTS ET DEFORMATIONS#####

dep=open(path+'/dep0.rpt','r') #ouverture en lecture du fichier dep0.rpt
for line in dep.readlines():

```

```

if len(line)!=1:
    C=line.strip() ## enleve les especes au debut et a la fin de la chaine
    K=C.split(' ') ## separe les elements de la liste par des virgules
    D=[x for x in K if x!=''] ## enleve les elements vide de la liste
    if D[0]=='686':
        vm=float(D[1]) #recuperation du deplacement U1 du noeud 686 + conversion en reel
        um=float(D[2]) #recuperation du deplacement U2 du noeud 686 + conversion en reel
    if D[0]=='11320':
        vc=float(D[1])
    if D[0]=='Minimum':
        u2min=float(D[2])
    if D[0]=='9609':
        d1=float(D[3])
    if D[0]=='9609':
        d2=float(D[4])
    if D[0]=='14249':
        d3=float(D[3])
    if D[0]=='14249':
        d4=float(D[4])
    if D[0]=='10885':
        d5=float(D[3])
    if D[0]=='10885':
        d6=float(D[4])

dep.close() #fermeture du fichier dep0.rpt

return u2min, vc, vm, um, d1, d2, d3, d4, d5, d6

```

B.4 Module 4 : fobj.py

```

import numpy as np
import calculAbaqus_dim as calcul
import echtxt

def fun(P):
    """
    renvoie la fonction objectif associee aux parametres P
    """
    P = np.array(P) #conversion de P en tableau numpy pour faciliter son utilisation
    len = P.size #nombre de parametres
    E1 = P[0] #ce sont les 8 parametres d'optimisation
    E2 = P[1]
    nu12 = P[2]
    G12 = P[3]
    G13 = P[4]
    G23 = P[5]
    Emat = P[6]

```

```

numat = P[7]
diam_valeur = echtxt.lire("donnees")[0] #lecture de la valeur du diametre
    presente dans le fichier donnees.txt (premiere valeur de la deuxieme ligne)
#possibilite de faire un input OU de lire la valeur sur un fichier Excel
long_valeur = echtxt.lire("donnees")[1]
ep_valeur = echtxt.lire("donnees")[2]
force_valeur = echtxt.lire("donnees")[3]

#calcul Abaqus avec en entree les 8 parametres d'optimisation et 4 donnees
    pour la construction du modele (dimensions et valeur de la force a appliquer)
#et en sortie 4 deplacements et 6 deformations
Unum, Vc, Vm, Um, d1, d2, d3, d4, d5, d6 = calcul.Abaqus(E1,E2,nu12,G12,G13,
    G23,Emat,numat,diam_valeur,long_valeur,ep_valeur,force_valeur)

#lecture des 4 deplacements et 6 deformations experimentaux dans le fichier
    donnees.txt
Uexp = echtxt.lire("donnees")[4]
Vcomp = echtxt.lire("donnees")[5]
Vmouch = echtxt.lire("donnees")[6]
Umouch = echtxt.lire("donnees")[7]
di_c_45 = echtxt.lire("donnees")[8]
de_c_45 = echtxt.lire("donnees")[9]
di_c_0 = echtxt.lire("donnees")[10]
de_c_0 = echtxt.lire("donnees")[11]
di_c_90 = echtxt.lire("donnees")[12]
de_c_90 = echtxt.lire("donnees")[13]

#calcul de la fonction objectif f (moindre carree)
f = (1-Unum/Uexp)**2+(1-Vc/Vcomp)**2+(1-Vm/Vmouch)**2+(1-Um/Umouch)**2
    +(1-d1/di_c_45)**2+(1-d2/de_c_45)**2+(1-d3/di_c_0)**2+(1-d4/de_c_0)**2
    +(1-d5/di_c_90)**2+(1-d6/de_c_90)**2 #on adimensionne la fonction objectif

echtxt.ecrire([E1,E2,nu12,G12,G13,G23,Emat,numat,Unum,Vc,Vm,Um,d1,d2,d3,d4,
    d5,d6,f], 'donnees') #ecriture des parametres dans un ligne du fichier
    donnees.txt

return f

```

B.5 Module 5 : compil.py

```

import os
import fobj
import pso_alea
import echtxt
#lecture des bornes prises pour chaque parametre dans le fichier donnees.txt
lb1 = echtxt.lire("donnees")[14]
ub1 = echtxt.lire("donnees")[15]

```

```
lb2 = echtxt.lire("donnees")[16]
ub2 = echtxt.lire("donnees")[17]
lb3 = echtxt.lire("donnees")[18]
ub3 = echtxt.lire("donnees")[19]
lb4 = echtxt.lire("donnees")[20]
ub4 = echtxt.lire("donnees")[21]
lb5 = echtxt.lire("donnees")[22]
ub5 = echtxt.lire("donnees")[23]
lb6 = echtxt.lire("donnees")[24]
ub6 = echtxt.lire("donnees")[25]
lb7 = echtxt.lire("donnees")[26]
ub7 = echtxt.lire("donnees")[27]
lb8 = echtxt.lire("donnees")[28]
ub8 = echtxt.lire("donnees")[29]
lb9 = echtxt.lire("donnees")[30]
ub9 = echtxt.lire("donnees")[31]
lb10 = echtxt.lire("donnees")[32]
ub10 = echtxt.lire("donnees")[33]
lb11 = echtxt.lire("donnees")[34]
ub11 = echtxt.lire("donnees")[35]
s = int(echtxt.lire("donnees")[36]) #taille de l'essaim

#lancement de l'optimisation
pso_alea.pso(fobj.fun, [lb1,lb2,lb3,lb4,lb5,lb6,lb7,lb8,lb9,lb10,lb11], [ub1,ub2,
    ub3,ub4,ub5,ub6,ub7,ub8,ub9,ub10,ub11],swarmsize=s,omega=0.4,phip=0.6,phig=0.6)
```

B.6 Lancement de l'optimisation

```
abaqus cae -noGUI compil.py
```

Annexe C

Multi-impacts

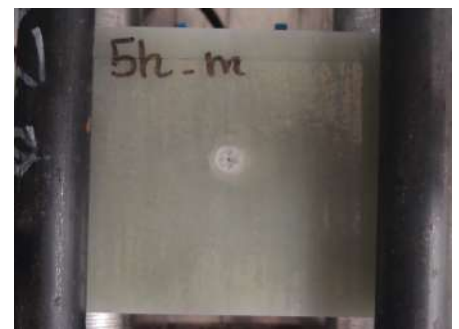
Les photos prises après des impacts successifs sont présentées sur la figure C.1 pour la plaque monolithique et sur la figure C.2 pour la plaque revêtue de polyuréthane.



Sans impact



Après le 1^e impact



Après le 2^e impact



Après le 3^e impact



Après le 5^e impact



Après le 10^e impact

FIGURE C.1 – Impacts successifs sur une plaque monolithique

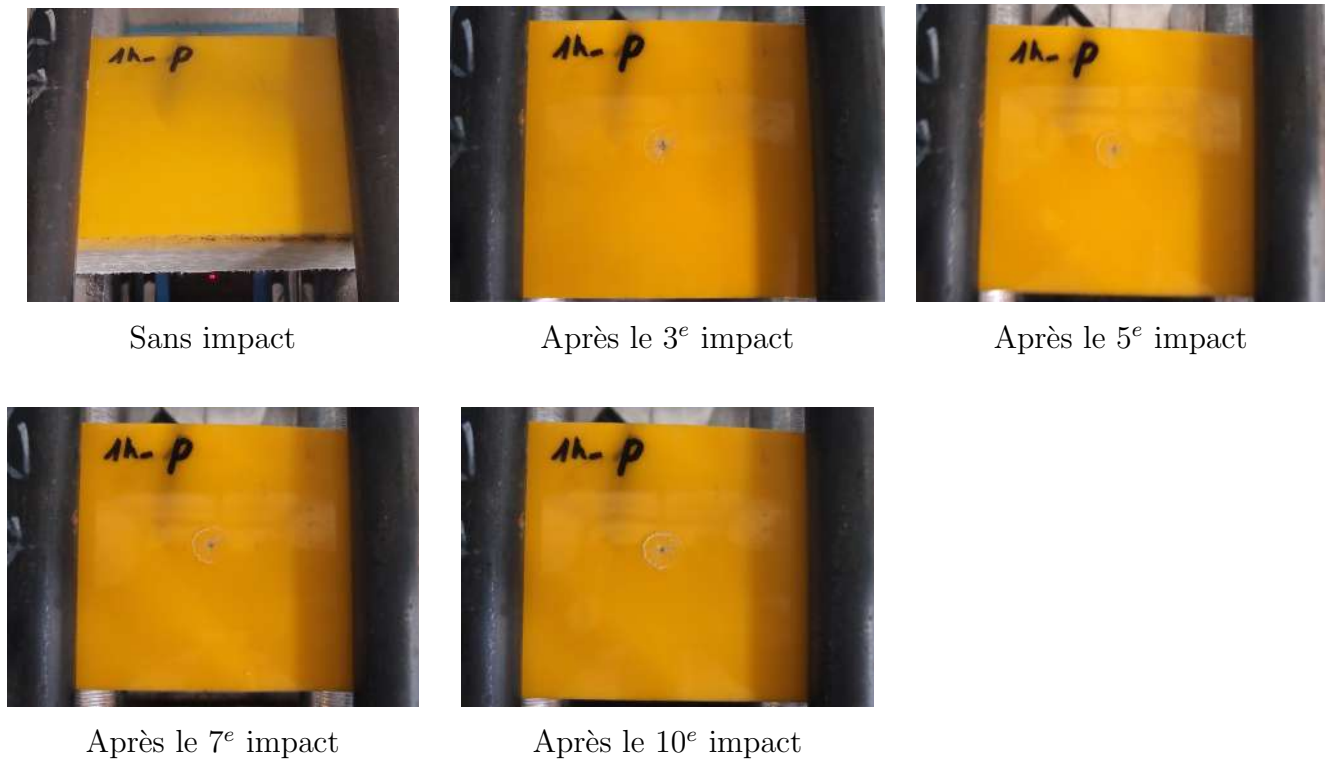


FIGURE C.2 – Impacts successifs sur une plaque revêtue de polyuréthane

Annexe D

Usure des abrasifs

Les figures D.1 et D.2 présentent des échantillons de corindon avant et après usure. Le matériau brut est blanc avec des angles saillants. Il s'émousse légèrement et change de couleur après usure. Il devient marron après avoir utilisé le composite et devient noir en contact avec l'acier.



FIGURE D.1 – Echantillons de corindon, de gauche à droite : brut, après usure sur du composite et après usure sur de l'acier



FIGURE D.2 – Corindon avant et après usure

Annexe E

Séchage

La figure E.1 présente une courbe type de séchage d'un échantillon en vinylester dans une étuve sous vide à 55°C. Dès que le taux de perte de masse se stabilise, l'échantillon est considéré sec.

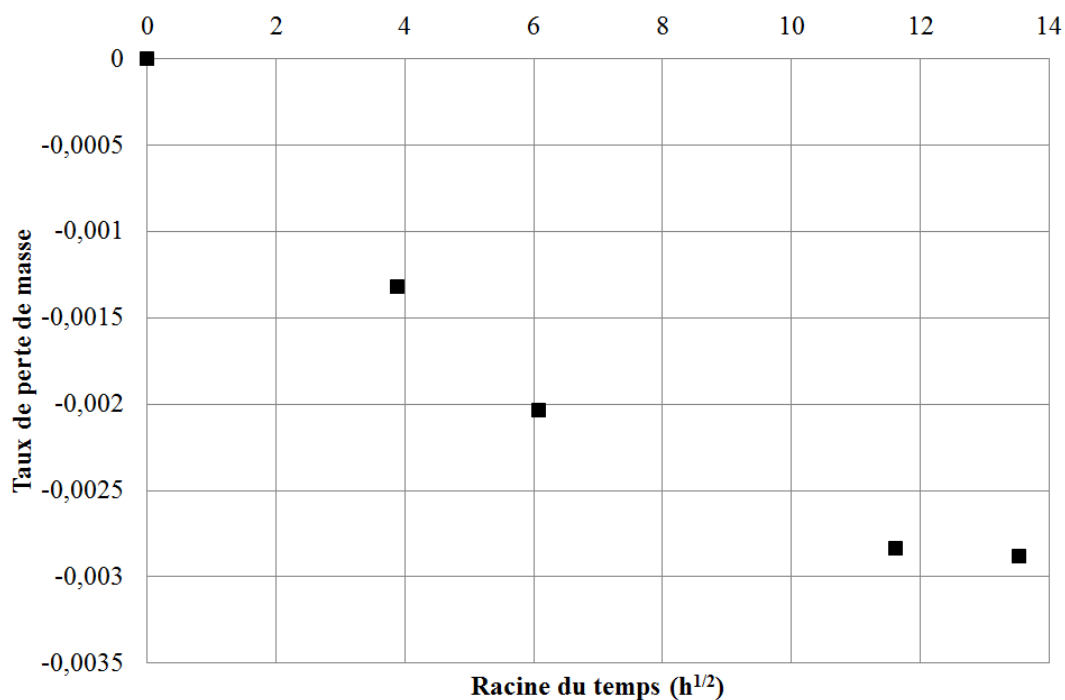


FIGURE E.1 – Courbe de séchage d'un échantillon en vinylester avant vieillissement

ETUDE DE LA DURABILITE D'UN MATERIAU COMPOSITE BOBINE SOUS CHARGEMENTS SEVERES

RESUME : Les matériaux composites sont très étudiés depuis des décennies. En effet, l'alliance entre légèreté et résistance de ces structures entraîne le développement de leur utilisation. Leur caractérisation reste un point essentiel dans la plupart des études.

Ce travail s'inscrit dans le projet Sollicitern qui vise à concevoir un camion d'hydrocurage en matériaux composites, financé par un fond unique interministériel. L'objectif est d'étudier la durabilité du matériau composite retenu sous chargements sévères. Elle permettra ainsi d'alimenter les modèles numériques des partenaires industriels afin d'ajuster les paramètres pour l'optimisation de la citerne et également d'estimer sa durée de vie face à ces diverses sollicitations.

Dans un premier temps, l'attention se porte sur l'intégration de la courbure de la structure et donc du matériau dans l'étude. En effet, ce dernier est fabriqué par enroulement filamentaire, ce qui génère nécessairement une structure tubulaire. Dans un second temps, une caractérisation statique est menée. Cette partie comporte notamment des essais de compression radiale sur l'ensemble de la structure tubulaire où un protocole expérimental est mis en œuvre. En couplant les résultats de ces essais avec ceux d'une simulation numérique reproduisant l'essai, les propriétés élastiques du pli unidirectionnel sont accessibles grâce à une optimisation. Dans un troisième et dernier temps, la durabilité plus spécifique est abordée. Des campagnes d'essais de fatigue, d'impacts, d'usure et de vieillissement sont tout d'abord réalisées indépendamment les unes des autres. L'objectif final est de coupler ces différentes sollicitations et d'appréhender ainsi leur effet combiné.

Mots clés : verre/vinylester, enroulement filamentaire, fatigue, vieillissement, usure, choc

STUDY OF THE DURABILITY OF A WOUND COMPOSITE MATERIAL UNDER SEVERE LOADS

ABSTRACT: Composites materials have been studied for decades. Indeed, the association between lightness and resistance of these structures leads to the development of their use. Their characterization remains an essential point in most researches.

This work is part of Sollicitern project, which aims to design a composite water treatment truck, financed by a single interministerial fund. The aim is to study the durability of the composite material retained under severe loads. It thus offers tools to industrialists for adjusting parameters in the tank optimization and the estimation of the lifetime under these various loadings.

In the first stage, attention is focused on the integration of the curvature of the structure and therefore of the material in the study. Indeed, it is manufactured by filament winding, which necessarily generates a tubular structure. In a second step, a static characterization is carried out. This part includes, in particular, radial compression tests on the whole tubular structure where an experimental protocol is developed. By coupling the results of these tests with a numerical simulation reproducing the test, the elastic properties of the unidirectional ply are obtained by optimization. In a third and final stage, more specific durability is discussed. Fatigue, impact, wear and aging tests are first carried out independently of one another. The final objective is to associate these different loadings and thus to apprehend their combined effect.

Keywords : glass/vinylester, filament winding, fatigue, humid aging, wear, impact