



HAL
open science

Comportement mécano-fiabiliste de structures composites – approche matériaux

Edouard Gauthier

► **To cite this version:**

Edouard Gauthier. Comportement mécano-fiabiliste de structures composites – approche matériaux. Matériaux. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2018. Français. NNT : 2018ENAM0031 . tel-01925057

HAL Id: tel-01925057

<https://pastel.hal.science/tel-01925057>

Submitted on 16 Nov 2018

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

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique - matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Edouard GAUTHIER

Le 25 Septembre 2018

Comportement mécano-fiabiliste de structures composites Approche matériaux

Directeur de thèse : **Laurent GUILLAUMAT**

Jury

M. Fabrice GUERIN, Professeur, ISTIA, Université d'Angers

M. Christophe BINETRUY, Professeur, Ecole Centrale de Nantes

M. Abdelkhalak EL HAMI, Professeur, INSA de Rouen

M. Alexandre CLEMENT, Maître de conférences, GeM, Université de Nantes

M. Arnaud ALZINA, Maître de conférences, IRCER, Université de Limoges

M. Tanguy MORO, Expert en fiabilité et mécanique des structures, IRT Jules Verne

M. Laurent GUILLAUMAT, Professeur, LAMPA, ENSAM d'Angers

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

T
H
È
S
E

Sommaire

Introduction Générale	11
Chapitre 1 : Etat de l'art et synthèse bibliographique	15
Introduction	15
I. Etat de l'art sur les défauts de composites dus à la mise en œuvre du matériau.....	15
I.1 Les défauts de plissement	16
<i>I.1.1 Les paramètres procédé à l'origine des phénomènes de plissement ...</i>	<i>17</i>
<i>I.1.2 Les effets des plissements sur le comportement mécanique du composite</i>	<i>18</i>
<i>I.1.3 Les différents moyens de caractérisation des défauts de plissement ..</i>	<i>19</i>
<i>Conclusion et perspectives sur les défauts de plissement.....</i>	<i>21</i>
I.2 Les défauts de porosité	21
<i>I.2.1 Les paramètres de procédé à l'origine des défauts de la porosité</i>	<i>22</i>
<i>I.2.2 Les effets des pores sur le comportement mécanique du composite...24</i>	<i>24</i>
<i>I.2.3 Les différents moyens de caractérisation de la porosité.....</i>	<i>26</i>
A. Analyse d'images	26
B. Micro-Tomographie	27
C. Analyse par ultrasons	28
<i>Conclusions et perspectives sur la porosité.....</i>	<i>29</i>
II. Endommagement en fatigue	29
II.1 Les différents types d'endommagement.....	29
II.2 Chargement en fatigue	30
II.3 Endommagement en fatigue	31
III. Modélisation d'un essai en fatigue jusqu'à rupture....	34
III.1 Exemple de modélisation en fatigue jusqu'à rupture avec défauts... 34	34

III.2 Critère de rupture	38
IV. Etude statistique et probabiliste	40
IV.1 Variables aléatoires matériau	40
IV.2 Variables aléatoires défauts	45
IV.2.1 Variables aléatoires plissements.....	45
IV.2.2 Variables aléatoires porosité	45
IV.2.3 Variables aléatoires chargement	46
IV.3 Lois de probabilité	47
IV.3.1 Lois de probabilité définissant les propriétés mécaniques d'un composite	47
IV.3.2 Lois de probabilité définissant les défauts de mise en forme.....	48
IV.3.3 Tests statistiques	49
Conclusions et perspectives.....	50
Bibliographie	52
Table des figures	59
Chapitre 2 : Caractérisation des défauts	63
Introduction	63
I. Caractérisation des défauts	63
I.1 Protocole d'essais d'analyse d'images.....	63
I.1.1 Découpe des échantillons.....	63
I.1.2 Pré-polissage.....	64
I.1.3 Enrobage.....	64
I.1.4 Polissage.....	64
I.1.5 Analyse au microscope optique.....	65
I.1.6 Analyse d'images à l'aide d'un logiciel d'édition d'images.....	65
I.1.6.1 Protocole pour la caractérisation de la porosité :	65
I.1.6.2 Exemple de caractérisation d'un échantillon :	66

I.1.6.3	<i>Caractérisation du plissement</i>	68
II.	Etude de la porosité	69
II.1	Plaques étudiées	69
II.1.1	<i>Matériau utilisé</i>	69
II.1.2	<i>Objectif concernant la porosité</i>	69
II.1.3	<i>Procédé de mise en forme et paramètres</i>	70
II.1.4	<i>Plaques finales</i>	70
II.2	Analyse d'images par microscopie optique	72
II.2.1	<i>Plaques « saines »</i>	72
II.2.2	<i>Plaques à $\pm 1\%$ de porosité : IN1242/porosité « - »</i>	73
II.2.3	<i>Plaques à $\pm 3\%$: IN1250/porosité « + »</i>	74
II.3	Analyse déterministe et probabiliste des résultats de la porosité.....	75
II.3.1	<i>Protocole de caractérisation probabiliste</i>	75
II.3.2	<i>Taux de porosité</i>	78
II.3.2.1	<i>Résultats</i>	78
II.3.2.2	<i>Résultats Probabilistes</i>	79
II.3.3	<i>Dimensions moyennes des pores</i>	84
II.3.3.1	<i>Diamètre des pores</i>	84
II.3.3.2	<i>Longueur l des pores</i>	88
II.3.3.3	<i>Forme des pores</i>	91
II.3.4	<i>Répartition des pores</i>	94
II.3.4.1	<i>Nombre de pores par échantillon</i>	94
II.3.4.2	<i>Distance entre les pores</i>	98
II.4	Comparaison des deux porosités observées	100
II.4.1	<i>Taux de porosité</i>	101
II.4.1.1	<i>Comparaison des deux types de porosités</i>	101
II.4.1.2	<i>Comparaison des modèles</i>	101
II.4.2	<i>Diamètres D des pores</i>	102
II.4.2.1	<i>Comparaison des deux types de porosités</i>	103

II.4.2.2	<i>Comparaison des modèles</i>	103
II.4.3	<i>Longueur l des pores</i>	104
II.4.3.1	<i>Comparaison des deux types de porosité</i>	105
II.4.3.2	<i>Comparaison des modèles</i>	105
II.4.4	<i>Rapport R des diamètres des pores</i>	106
II.4.4.1	<i>Comparaison des deux types de porosités</i>	106
II.4.4.2	<i>Comparaison des modèles</i>	107
II.4.5	<i>Nombre de pores par échantillon</i>	108
II.4.5.1	<i>Comparaison des deux types de porosité</i>	108
II.4.5.2	<i>Comparaison des modèles</i>	108
II.4.6	<i>Distance L entre les pores</i>	109
II.4.6.1	<i>Comparaison des deux types de porosité</i>	109
II.4.6.2	<i>Comparaison des modèles</i>	110
II.5	Conclusion sur la caractérisation probabiliste de la porosité	110
II.6	Générateur aléatoire de porosité	112
II.6.1	<i>Création du générateur</i>	112
II.6.2	<i>Comparaison résultats modèle avec résultats expérimentaux</i>	112
III.	Etude des plissements	114
III.1	Plaques étudiées	114
III.1.1	<i>Matériau utilisé</i>	114
III.1.2	<i>Objectif de plissement à étudier</i>	114
III.1.3	<i>Procédé de mise en forme</i>	115
III.1.4	<i>Plaques finales</i>	115
III.2	Analyses d'image par microscopie optique	116
III.2.1	<i>Plissement 1</i>	117
III.2.2	<i>Plissement 2</i>	118
IV.	Conclusion	119
	Bibliographie	121

Table des figures	121
Chapitre 3 : Caractérisation de comportement mécanique en quasi-statique et influence des défauts	127
Introduction	127
I. Modèle mécanique du matériau.....	127
II. Critère de rupture	128
III. Analyse de la variance.....	130
IV. Essais de traction.....	133
IV.1 Protocole d'essais.....	133
IV.2 Eprouvettes à 0°	134
IV.2.1 Résultats	134
IV.2.2 Analyse de la variance	136
IV.2.2.1 Module d'Young E_{11}.....	136
IV.2.2.2 Coefficient de Poisson ν_{12}.....	137
IV.2.2.3 Contrainte à la rupture $R \parallel t$.....	139
IV.3 Eprouvettes à 90°	141
IV.3.1 Résultats	141
IV.3.2 Analyse de la variance	142
IV.3.2.1 Module de rigidité E_{22}.....	142
IV.3.2.2 Coefficient de poisson ν_{12}.....	144
IV.3.2.3 Contrainte à la rupture $R \perp t$	145
IV.4 Eprouvettes à $\pm 45^\circ$	147
IV.4.1 Résultats	147
IV.4.2 Analyse de la variance	148
IV.4.2.1 Module de cisaillement G_{12}	148
IV.4.2.2 Contrainte à la rupture en cisaillement $R \perp \parallel$.....	149

V. Essai de compression à 0°	151
V.1 Protocole d'essai.....	151
V.2 Résultats	152
VI. Essai de cisaillement – Flexion 3 points appuis rapprochés	154
VI.1 Protocole d'essai.....	154
VI.2 Résultats	155
VI.2.1 Essai à 0°.....	155
VI.2.1.1 Analyse de la variance pour le module de cisaillement G_{13}	156
VI.2.2 Essai à 90°.....	156
VI.2.2.1 Analyse de la variance du module de cisaillement interlaminaire G_{23}	157
VII. Essai de flexion 3 points	158
VII.1 Protocole d'essais.....	158
VII.2 Résultats	159
VII.2.1 Influence du taux de porosité.....	160
VII.2.1.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture en flexion 3 points	161
VII.2.1.2 Analyse de la variance pour le module de flexion	162
VII.2.2 Influence du plissement avec porosité	163
VII.2.2.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture	164
VII.2.2.2 Analyse de la variance du module de flexion	165
VII.2.3 Influence du plissement sans porosité (sous infusion).....	166
VII.2.3.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture	168
VII.2.3.2 Analyse de la variance du module de flexion	169
VIII. Conclusion de la campagne d'essais quasi-statique	170
Bibliographie	172

Table des figures	172
Chapitre 4 : Caractérisation du comportement mécanique en fatigue et influence des défauts	179
Introduction	179
I. Définition d'un essai de fatigue	179
II. Dispositif d'essai de fatigue en flexion 3 points	180
III. Essais de fatigue en flexion 3 points	183
III.1 Résultats pour les éprouvettes saines.....	183
III.1.1 Courbe de Wöhler.....	183
III.1.2 Faciès de rupture.....	185
III.2 Résultats pour les éprouvettes avec porosité niveau « - »	185
III.2.1 Courbe de Wöhler.....	185
III.2.2 Faciès de rupture.....	186
III.3 Résultats pour les éprouvettes avec porosité niveau « + ».....	187
III.3.1 Courbe de Wöhler.....	187
III.3.2 Faciès de rupture.....	188
III.4 Résultats pour les éprouvettes avec le plissement P1	189
III.4.1 Courbe de Wöhler.....	189
III.4.2 Faciès de rupture.....	190
III.5 Résultats pour les éprouvettes avec le plissement P2.....	191
III.5.1 Courbe de Wöhler.....	191
III.5.2 Faciès de rupture.....	192
IV. Analyse de l'influence des défauts sur le comportement en fatigue.....	192
IV.1 Influence du défaut de porosité	193
IV.2 Influence du défaut de plissement.....	195

Conclusion.....	197
Bibliographie	199
Table des figures	199
Conclusion Générale	203

Introduction Générale

L'usage de matériaux composites se généralise de plus en plus dans les grands secteurs industriels comme le secteur aéronautique, automobile, mais aussi dans le secteur des énergies. En effet, le développement de ces marchés a amené à la conception de pièces de structures de grandes dimensions nécessitant l'utilisation de matériaux composites, comme une partie de fuselage ou une pale d'éolienne. Ces matériaux possèdent des propriétés mécaniques élevées pour une masse volumique divisée par 4 par rapport aux aciers, qui sont de plus adaptable et localisable à chaque type de sollicitations de par la définition de ce matériau, à savoir qu'il suffit d'aligner les fibres dans le sens de la sollicitation pour améliorer le comportement de la pièce.

Un grand nombre d'études, axées sur le comportement des matériaux composites, ont déjà été menées et celui-ci est déjà bien maîtrisé pour des sollicitations classiques. Cette connaissance du comportement s'accompagne de modèles numériques déterministes permettant d'apporter une première réponse au dimensionnement des structures. Par contre, ces matériaux composites sont très sensibles à l'alignement de leurs fibres qui représente justement une difficulté pendant le procédé ainsi que la présence de pores qui se développent dans la résine. Ces phénomènes vont donc générer une variabilité très significative pour leurs propriétés mécaniques. C'est dans ce cadre que le projet SIMSCEF : SIMulation Stochastiques mécaniques de structures Composites Endommagées en Fatigue a été lancé par l'Institut de Recherche Technologique Jules Verne basé à Nantes.

Compte tenu de cette variabilité et pour garantir l'intégrité et la sécurité des pièces produites, les fabricants doivent être capables d'analyser l'influence de ces défauts en exploitation. Or la caractérisation de structures en composites avec défauts liés aux procédés est peu développée, et la modélisation réaliste et pertinente des défauts générés est difficile. Pour pallier ces difficultés, les industriels vérifient chaque pièce au moyen de campagnes d'essais lourdes et/ou d'opérations de contrôle non destructif coûteuses et/ou par calculs en appliquant des coefficients d'abattement.

Le projet SIMSCEF a pour but d'étudier l'influence de deux défauts générés par la mise en œuvre de structures composites utilisant des composites du type stratifié. Ils sont constitués d'un empilement de plis souvent unidirectionnels. Le premier défaut est le phénomène de porosité qui correspond à la création de pores qui renferment de la matière gazeuse qui n'a pu s'évacuer pendant le procédé et le deuxième défaut est le phénomène de plissement qui correspond à une déformation du pli. L'enjeu du projet est de développer des modèles numériques du comportement mécanique de matériaux composites stratifiés avec la présence d'un défaut et de sa propagation, en quasi-statique et en fatigue.

Ces modèles sont alimentés par les données mécaniques du matériau sain et avec défauts, issues d'une campagne de caractérisation mécanique en quasi-statique et en fatigue.

La thèse qui est présentée dans ce manuscrit s'inscrit dans la partie caractérisation mécanique du projet SIMSCEF avec deux axes d'études principaux : l'étude des défauts et de leurs paramètres caractéristiques et l'étude du comportement mécanique du matériau sain et avec défauts, en quasi-statique et en fatigue.

Les matériaux composites sont par définition fortement hétérogènes, en raison de la variabilité des propriétés de leurs constituants et des défauts que peut apporter le procédé de mise en œuvre

Les structures composites peuvent présenter deux types de dispersion :

- La variabilité sur les propriétés physiques du matériau, à l'échelle locale ou globale, liée aux structures intrinsèques de celui-ci : orientation des plis, orientation des fibres, taux de fibres locaux, présence de porosité, ... ;
- La variabilité géométrique des structures composites avec des dispersions d'épaisseurs, de longueurs, de diamètres,... liées par exemple à des distorsions résultant de contraintes résiduelles.

La robustesse du dimensionnement des structures composites est liée en partie à la précision de la détermination de la variabilité des propriétés des matériaux et de leurs caractéristiques géométriques afin de les injecter dans les modèles. Afin d'identifier avec précision la variabilité observée sur les caractéristiques des défauts et du matériau, une campagne expérimentale importante de caractérisation des paramètres physiques aléatoires est mise en place dans cette étude, avec des moyens d'observation et de contrôles destructifs.

Ce manuscrit présente les travaux de la thèse sur le comportement mécano-fiabiliste de structures composites et est divisé en 4 chapitres qui présentent une étude sur un des axes de la thèse.

Le premier chapitre fait référence aux recherches bibliographiques sur les différents sujets qui sont impliqués dans l'étude comme l'état de l'art sur les défauts de composites dus au procédé de mise en œuvre ou l'état de l'art sur les études statistiques et probabilistes.

Le deuxième chapitre présente l'étude de la caractérisation probabiliste du défaut de porosité avec l'analyse de chaque paramètre caractéristique, et l'étude de caractérisation du défaut de plissement. Ces deux études se font avec l'utilisation de l'analyse d'images par

microscopie optique afin de visualiser au mieux les défauts. Chaque paramètre est modélisé par une loi de distribution déterminée après un processus d'optimisation.

Le troisième chapitre énumère l'étude du comportement mécanique du matériau sain et avec défauts en quasi-statique à travers différents cas de chargement afin de déterminer les paramètres caractéristiques du matériau comme les modules de rigidité, les modules de cisaillement, les coefficients de poisson ou les contraintes à la rupture. Ces paramètres vont alimenter le modèle élastique linéaire orthotrope utilisé pour décrire le comportement du matériau sain et avec porosité, mais aussi le critère de rupture. De plus, l'étude de ces paramètres sera affinée par une analyse de la variance et l'influence du défaut sur ceux-ci sera modélisée par des modèles polynomiales.

Le dernier chapitre présente l'étude du comportement mécanique du matériau sain et avec défauts en fatigue dans un cas de chargement de flexion 3 points avec la présentation des courbes de Wöhler du matériau sain, avec porosité et avec plissement afin de caractériser l'influence des défauts sur le comportement en fatigue.

A travers ces différentes étapes de la thèse, les hypothèses sur l'influence des défauts de porosité et de plissements, sur un matériau composite stratifié, en quasi-statique et en fatigue, seront validées ou non. Cette thèse apporte en conclusion, une partie de la réponse sur l'influence statistique de la porosité et du plissement, et des outils de dimensionnement de ces défauts et de leur influence.

Chapitre 1 : Etat de l'art et synthèse bibliographique

Introduction

Un état de l'art est présenté dans le cadre du projet SIMulation Stochastique des Matériaux Composites Endommagés en Fatigue (SIMSCEF), qui a pour but de proposer une méthodologie de dimensionnement mécano-probabiliste des structures composites en tenant compte des effets du procédé de mise en œuvre.

Ce chapitre a pour but de définir l'état de l'art sur les différents sujets impliqués dans le projet. Les deux défauts des composites, généralement introduits par le procédé de mise en œuvre : la porosité et les plissements vont être étudiés dans un premier temps. Les causes de leur apparition et leurs effets sur le comportement du composite seront particulièrement regardés. Dans un second temps, les différents moyens d'essais et de caractérisation des défauts seront présentés. Par la suite, les différents modèles de comportement en fatigue du composite seront décrits. Enfin, ce rapport définira les différentes études statistiques et probabilistes qu'il sera possible de mettre en place dans ce projet.

I. Etat de l'art sur les défauts de composites dus à la mise en œuvre du matériau

A la différence des matériaux comme les métaux, la mise en œuvre des matériaux composites est particulière dans le sens où le matériau final et la géométrie de la pièce sont souvent obtenus simultanément et les propriétés de la structure finale dépendent à la fois des composants, que ce soit les fibres ou la matrice, et de la manière dont ils sont mis en œuvre.

Cette partie n'a pas pour but de présenter les différents procédés de fabrication de pièces composites, mais comment apparaissent les défauts pendant la mise en œuvre. L'étude est centrée sur les composites à renfort continu qui sont généralement mise en forme par : Resin Transfer Moulding (RTM), Infusion, Préimprégnés ThermoDurcissables (TD), Préimprégnés ThermoPlastiques (TP), ...

Lors de la mise en forme des composites, plusieurs types de défauts peuvent apparaître [1] [2] comme des ruptures de fibres, des désalignements de fibres, des plissements du renfort ou des pores résiduels. L'étude portera sur ces deux derniers défauts qui ont été étudiés par E.Gazo-Hanna et al. [3] et qui sont illustrés sur la figure 1. Sur l'échantillon A3 et A12, des plissements sont observés alors que sur l'échantillon A7 présente des pores.

Ces défauts affectent les propriétés mécaniques du composite, que ce soit les défauts de plissement [4], ou de porosité [5], aussi bien en quasi-statique qu'en en fatigue [6]. C'est pour cela que l'étude sera complétée par l'analyse de l'endommagement en fatigue du composite avec défauts.

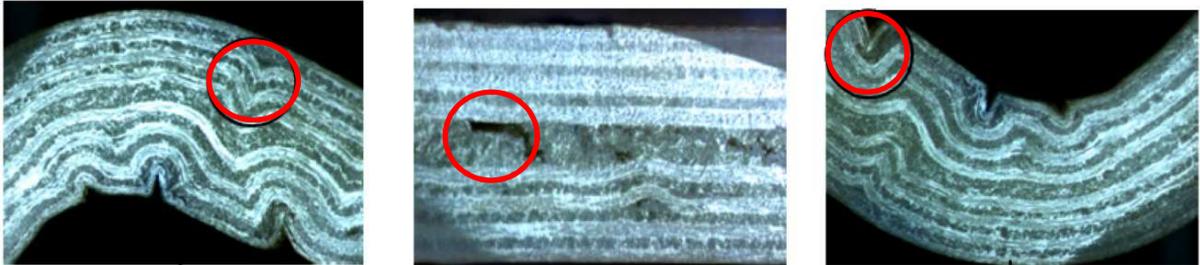


Figure 1: Micrographies obtenues pour l'échantillon A, mise en évidence des plissements (échantillon A3 à gauche et A12 à droite) et des pores (échantillon A7 au centre) [3]

I.1 Les défauts de plissement

Les défauts de plissement sont définis, dans les stratifiés multidirectionnels, par les ondulations hors plan, ou dans le plan, d'un ou plusieurs plis [7]. Il existe 3 types de plissements comme le précise P.Hallander et al. [8].

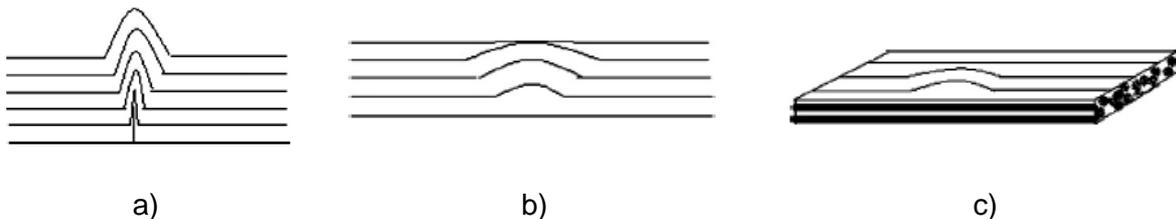


Figure 2 : Schéma des 3 types de plissement, a) le plissement hors plan dit « wrinkle », b) le plissement hors plan dit « waviness » et c) le plissement dans le plan dit « in-plane waviness » [8]

La figure 2 montre les 3 géométries différentes de plissement en fonction de sa position dans le stratifié, du nombre de plis qu'il déforme, du fait qu'il soit dans le plan des fibres ou hors-plan des fibres et du fait que la déformation subit par les plis soit seulement interne à l'épaisseur ou se répercute sur les plis extérieurs comme pour le défaut dit « wrinkle ».

Les défauts de plissement sont définis par plusieurs paramètres. Comme le montre la figure 3, un plissement se caractérise par son amplitude $\bar{\delta}$, sa période λ et son angle maximum de désalignement θ_{\max} [7]. L'amplitude $\bar{\delta}$ définit la « hauteur » du plissement, c'est-à-dire la différence de position entre le haut du premier pli et le haut de l'entre deux plis suivant. La période λ donne une indication sur la distance qui sépare deux plis et l'angle θ_{\max} désigne l'angle maximum entre la normal à la fibre et la normal au pli.

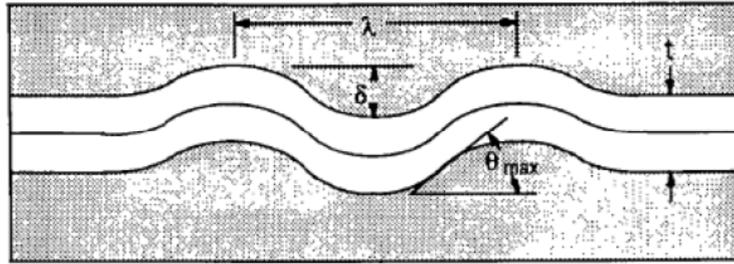


Figure 3 : Définition des paramètres géométriques d'un défaut de plissement [4]

1.1.1 Les paramètres procédés à l'origine des phénomènes de plissement

Les paramètres qui vont influer sur la formation des défauts de plissement sont identiques quel que soit le procédé de mise en œuvre utilisé. La figure 4 présente le diagramme d'Ishikawa [9] des paramètres de procédés qui influent sur la formation d'un plissement [10].

Par exemple, Lightfoot et al. [11] ont montré l'influence des interactions entre les plis et l'outillage, qui provoque du cisaillement, sur la formation du plissement. Hallander et al. [8] ont étudié la formation de plissements due au formage de tissus préimprégnés sur des géométries complexes. D'autres études ont démontré l'influence des chargements en compression lors du formage [12], l'influence de l'automatisation du drapage [13], l'influence de la vitesse de refroidissement et du Coefficient Thermique d'Expansion (CTE) du matériau de l'outillage en contact avec le stratifié [14].

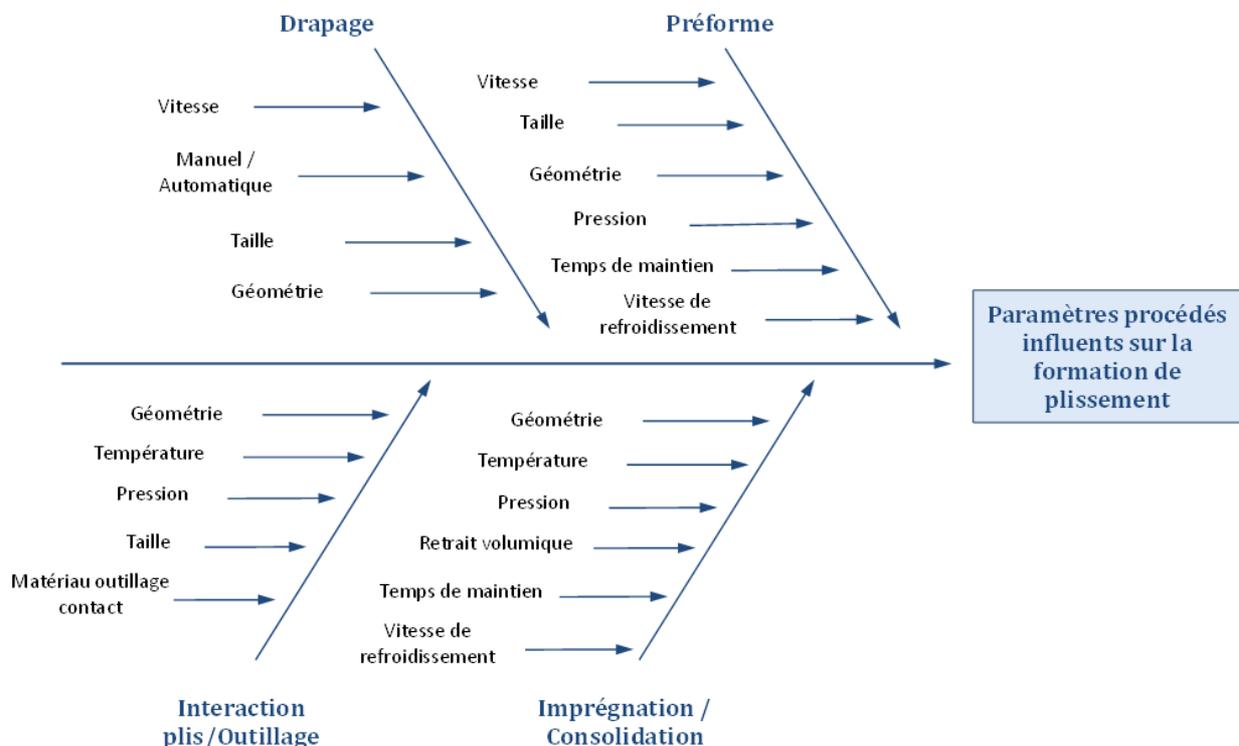


Figure 4 : Paramètres procédés influents sur la formation de plissement

1.1.2 Les effets des plissements sur le comportement mécanique du composite

Les défauts de plissement vont de manière générale diminuer les propriétés mécaniques du composite stratifié, comme cela est visible sur la figure 5 qui illustre la baisse de la résistance en compression, sur un stratifié polysulfone/fibre de carbone, par rapport à la fraction de plissements dans un pli à 0° [7].

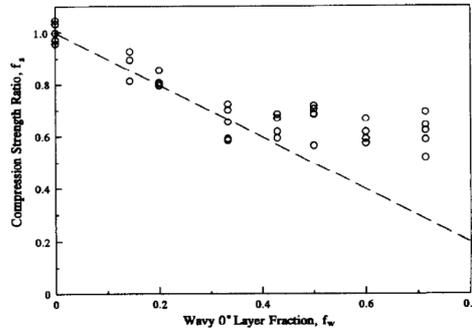


Figure 5 : Résistance en compression en fonction de la fraction de plissement dans le pli [7]

Les 3 paramètres caractéristiques d'un plissement ont une certaine influence sur les propriétés mécaniques du composite. L'étude de Bloom et al. [15] a mis en évidence l'influence de l'angle de désalignement θ sur la résistance en traction d'un stratifié fibre de verre/résine époxy. Le tableau 1 illustre la diminution de la charge maximum et de la charge à la première rupture, qui sont définis sur la figure 6, avec l'augmentation de l'angle de désalignement θ (les angles α et β sont des résultantes de l'angle θ). Cette diminution varie entre 3% et 50%.

Strength values and reductions relative to baseline.

Specimen	Misalignment angle θ (°)	Loop angle α or β (°)	First drop (MPa)	Max strength (MPa)	First drop (% reduction)	Max strength (% reduction)
Base UD	–	–	720.3	720.3	0	0
Base WV	–	–	644.0	644.0	0	0
50% UD1	29.2	12	448.6	621.6	38	14
50% UD2	Indiscernible	–	552.3	697.3	23	3
50% WV1	33.4	>90	432.3	432.3	33	33
50% WV2	39.4	10	322.6	391.4	50	39
100% WV1	25.6	>90	485.5	507.4	25	21
100% WV2	30.5	14	352.4	399.0	45	38

Tableau 1: Valeurs des forces en traction et de sa diminution pour différents angles de désalignement. [15]

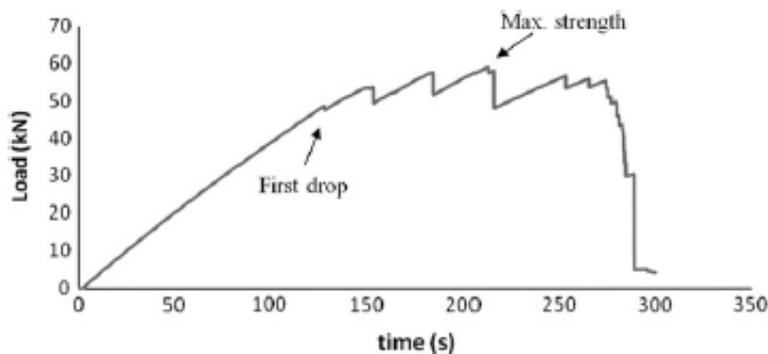


Figure 6: Courbe de chargement en fonction du temps pour un échantillon [15]

1.1.3 Les différents moyens de caractérisation des défauts de plissement

L'objectif étant de reproduire des défauts de plissement afin de pouvoir le tester mécaniquement par la suite il faut pouvoir le caractériser sans détruire l'échantillon. En effet, le défaut de plissement étant un défaut géométrique, il est difficile de le caractériser précisément sans détruire la pièce. Il est donc préférable de détecter les plissements dans le composite avec des techniques de Caractérisation Non Destructive (CND). De nombreux articles et études définissent les différentes techniques de CND adaptées aux matériaux composites [16] [17] [18] [19].

Les défauts de plissement peuvent être caractérisés par l'étude de la propagation d'ondes ultrasonores. Plusieurs travaux traitent de ce sujet comme ceux de Dumoulin et al. [20], de Chiao [21], ou plus récemment de Lopez et al. [22].

La figure 7 illustre bien les différents plissements qui se forment sur l'image de traitement des ondes ultrasonores. Ces ondes sont un bon outil pour la détection des plissements mais il est difficile de quantifier ceux-ci. Notamment l'intensité du plissement qui correspond au rapport entre sa hauteur et sa longueur [22] reste difficile à évaluer.

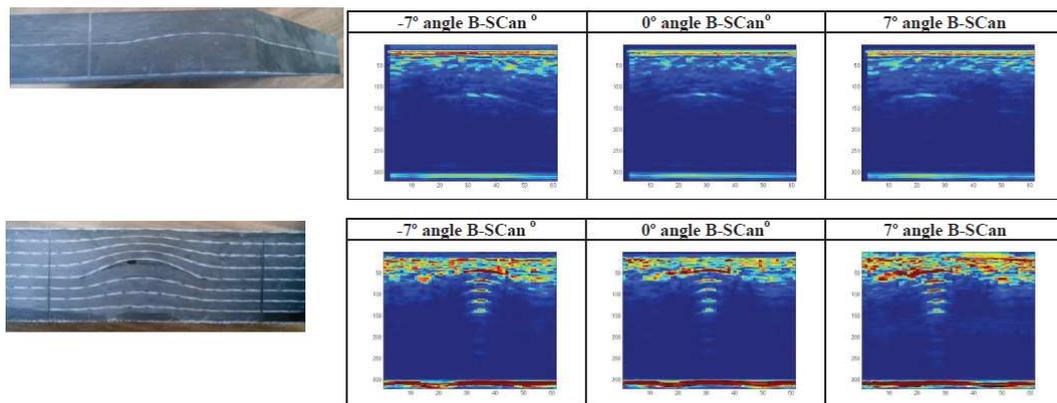


Figure 7 : Caractérisation par ondes ultrasoniques de différentes intensités de plissement [22]

Les ultrasons représentent la technique CND qui donne les meilleurs résultats pour caractériser ces défauts mais la précision des résultats ne permet pas d'obtenir de bons résultats sur les paramètres caractéristiques. Pour obtenir une vision précise du défaut et pour identifier ces paramètres, il est nécessaire de passer par une technique d'analyse d'images 2D ou 3D qui est une technique de caractérisation destructive.

En effet, l'analyse d'image 2D permet d'observer le plissement finement et de caractériser précisément ses paramètres, comme dans l'étude de J. S. Lightfoot et al [11]. Ils caractérisent les défauts de plissements par Microscopie Optique (MO). La figure 8 montre une coupe 2D par MEB d'un échantillon présentant un plissement. Il est alors facile d'identifier les défauts et mesurer les paramètres caractéristiques de ceux-ci comme l'angle de désalignement sur la figure 8.

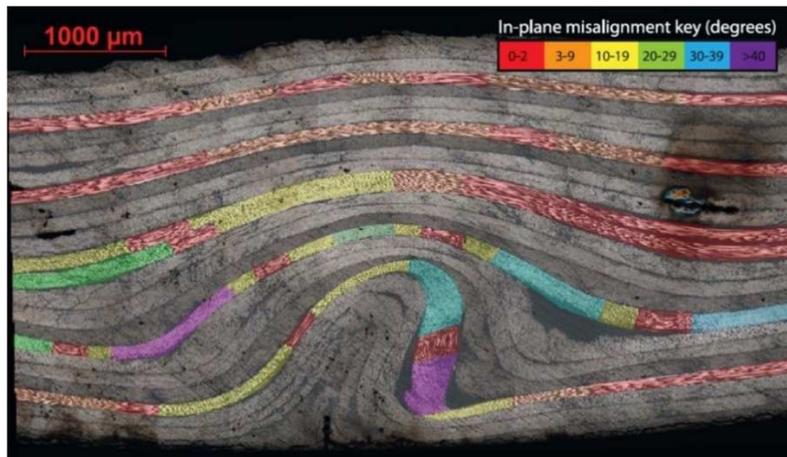


Figure 8 : Observation d'un échantillon avec un plissement à l'aide d'un MO [11]

L'analyse des images par MO et par MEB permet d'obtenir une bonne estimation de la morphologie des plissements et d'estimer leur quantité. Les différents paramètres peuvent être caractérisés tels que l'amplitude δ des plissements, leur période λ et leur angle de désalignement maximum θ . Cependant ces techniques sont des représentations 2D qui ne sont pas forcément représentatives de l'échantillon global ou même d'une structure. Cette difficulté de représentation des défauts de plissement au sein même d'un échantillon ou d'une structure peut se résoudre par l'utilisation d'un système d'acquisition d'image 3D comme la tomographie.

Il est possible de trouver plusieurs études dans la littérature qui s'intéresse à la caractérisation de composites par tomographie [23] et plus précisément sur les défauts de plissement comme dans l'étude de Makeev et al. [24]. Il caractérise ces défauts par tomographie et le résultat est visible figure 9.

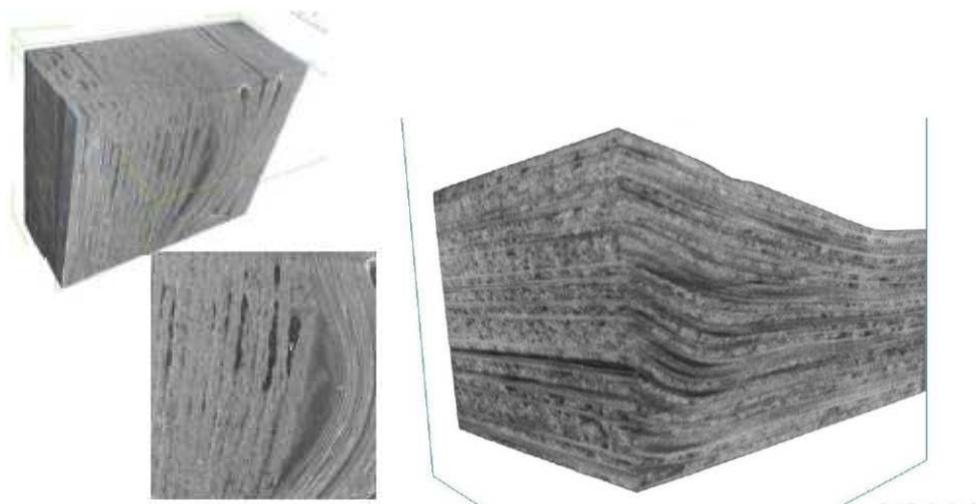


Figure 9 : Défauts de plissement caractérisés par tomographie [24]

Le désavantage de cette technique est que les échantillons analysés doivent être de petites dimensions.

Conclusion et perspectives sur les défauts de plissement

Les défauts de plissement sont définis par des ondulations, dans le plan ou hors plan, d'un ou plusieurs plis. Ils apparaissent lors de la mise en œuvre du matériau que ce soit lors de l'étape de préforme, de drapage ou d'imprégnation, et dépendent d'un certain nombre de paramètres comme la taille des pièces, la géométrie plus ou moins complexe, la température de maintien ou la pression qui agit sur la viscosité de la résine. Ces défauts de plissement se caractérisent par 3 grandeurs qui ont une certaine influence sur les propriétés du matériau : l'amplitude d'ondulation δ , la période d'ondulation λ et l'angle de désalignement θ . Ces plissements diminuent plus ou moins les propriétés mécaniques du composite, que ce soit en quasi-statique ou en fatigue, en compression, en traction, en flexion ou en cisaillement. Du fait que ce défaut est géométrique, les moyens de détection sont souvent des analyses d'images, que ce soit en microscopie optique, au MEB ou en tomographie. Mais il est aussi possible de les caractériser avec des essais ultrasonores.

Les plissements génèrent ainsi des singularités géométriques et matérielles dans le matériau composite. Ces singularités génèrent des concentrations de contraintes locales et des changements de propriétés locales des matériaux (par exemple, sous un plissement, une « poche de résine » se crée, sans renfort). Ces éléments se traduisent par des abattements des propriétés mécaniques.

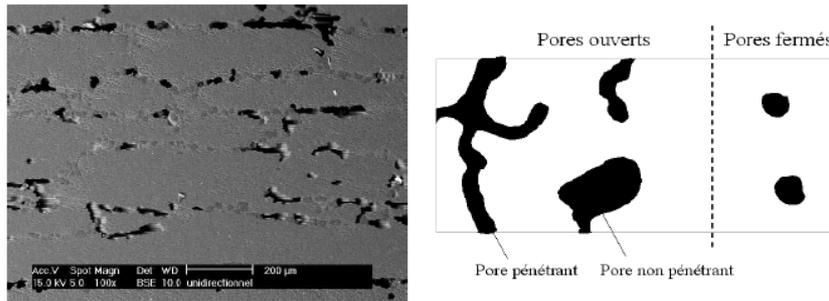
Il faut maintenant comprendre si la caractérisation de ces défauts et l'analyse de ces influences sur les propriétés mécaniques, sur une éprouvette, est réaliste par rapport à la répartition de ces défauts et de leurs influences sur le comportement mécanique d'une structure telle qu'une pale d'éolienne.

1.2 Les défauts de porosité

Selon le glossaire international d'hydrologie, la porosité est une propriété d'un milieu, d'un sol ou d'une roche à comporter des pores, c'est-à-dire des vides interstitiels, interconnectés ou non. Par rapport à cette définition, dans un composite, le défaut de porosité pourrait être représenté par une petite cavité qui renferme de la matière gazeuse. La figure 10 montre des exemples de pores au sein d'un matériau ainsi que la nomenclature classifiant les pores en fonctions de leurs dimensions.

Selon les études de Schoeller en 1955 [26], les pores se distinguent en 2 catégories représentées à gauche sur la figure 10 :

- Les pores ouverts composés de vides intercommunicants connectés à la partie extérieure du matériau
- Les pores fermés, isolés à l'intérieur du matériau et ne permettant aucune perméabilité.



Rayon des pores	Classe	Etat de l'eau
< 0,1 μm	Microporosité	Eau de rétention exclusivement
0,1 à 2500 μm	Mésoporosité	Eau capillaire et eau gravitaire
> 2500 μm	Macroporosité	Eau gravitaire dominante

Figure 10 : Pores(en noir) et nomenclatures relatives à la taille des pores [25] [26]

Les pores sont classés par taille entre les micro-pores ($r < 0.1 \mu\text{m}$), les méso-pores ($0.1 < r < 2500 \mu\text{m}$) et les macro-pores ($r > 2500 \mu\text{m}$).

Dans les milieux industriels aéronautique et aérospatiale, il est admis qu'une pièce structurale comportant un taux volumique de porosité supérieur à 1% doit être rebutée, alors que dans les autres applications, la tolérance peut monter jusqu'à 5% [27] [28].

1.2.1 Les paramètres de procédé à l'origine des défauts de la porosité

Les phénomènes de création de la porosité sont différents en fonction du procédé de mise en œuvre mais dans le cas de composites stratifiés, certains paramètres sont communs à la formation de la porosité. Les causes d'apparition de pores au sein d'un composite ont deux causes possibles : mécanique et thermodynamique.

- Causes mécaniques :

La première origine mécanique de la formation de la porosité est l'emprisonnement d'air lors de la mise en œuvre de la pièce. Cet emprisonnement d'air peut se produire lors de l'imprégnation de la résine par les fibres où des macro-pores se forment entre les mèches ou des micro-pores se forment au sein même des mèches comme le montre la figure 11.

L'écoulement de la résine étant gouverné par sa viscosité il est possible de voir apparaître des macro-pores lorsque celle-ci est forte. Si la viscosité de la résine est faible, alors l'écoulement de la résine est gouverné par la capillarité et des micro-pores pourront apparaître [30] [31] [32]. Les paramètres de l'étape d'imprégnation qui sont influents sont : la pression, la perméabilité du renfort, la viscosité de la résine et donc la température, mais aussi le nombre de points d'injection.

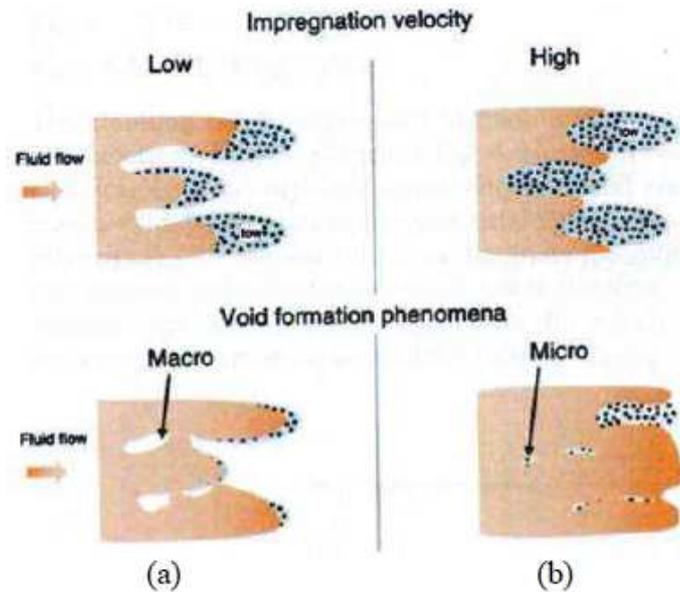


Figure 11 : Formation des macro-pores et micro-pores en fonction de la vitesse de déplacement de la résine lors de l'imprégnation d'un renfort [29] : a) force de capillarité prédominante, b) force de viscosité prédominante

L'apparition de la porosité par voie mécanique peut aussi se produire lors de l'étape de drapage, que ce soit en manuel ou en automatique. Des micro-pores peuvent aussi être observés lorsqu'une fibre est rompue, lorsqu'il y a formation le plissement d'un pli, ou lors d'un chevauchement ou d'un décalage entre deux plis. Peu d'études se sont intéressées à la création de porosité lors de l'étape de drapage. Ranganathan et Pitchumani [33] [34] ont étudié la modélisation du comportement des pores lors du drapage automatisé d'une pièce composite thermoplastique AS-4PEEK. Il en résulte que la vitesse de dépose des fibres, la pression d'application, la température de dépose ainsi que la configuration du rouleau sont des paramètres influents sur la formation de la porosité. Cette étude peut être extrapolée à la dépose de fibres de carbonnes préimprégnées d'un thermodurcissable comme la résine époxyde. Dans ce cas-là il faudra aussi prendre en compte la pression de compactage.

La dernière forme d'apparition de la porosité par voie mécanique est la présence de particules de grande taille ou d'un amas de celles-ci qui seraient présentes dans le préimprégné.

- Causes thermodynamiques :

Le diagramme de phase de l'eau montre qu'une bulle de vapeur, dans la phase liquide, se forme soit en augmentant la température localement dans le liquide [35], soit en provoquant une rapide décompression [36]. Il est alors probable que la polymérisation soit le siège de créations de pores. En effet, lors de la polymérisation, le système supporte : i) une augmentation de la température, ii) une dépression et une augmentation de la concentration en espèces diffusantes, notamment si le préimprégné contient des résidus de solvant ou d'humidité qu'il aurait absorbés lors de sa phase de fabrication.

La dépression se produit au moment de la polymérisation, mais aussi généralement à celui de la migration de la résine à travers les fibres, ou lors de l'évacuation de l'excès de résine et des matières volatiles. Boey et al. [37] ont démontré qu'il existait une dépression optimale, pour un moulage au contact, qui permet d'extraire une partie des matières volatiles et certains pores. Cependant celle-ci contribue à l'augmentation de la taille des pores déjà créés. En autoclave, Tang et al. [38] ont mis en évidence le fait que la pression hydrostatique appliquée sur la vessie de la pièce, lors de la polymérisation, a une certaine influence sur le taux de porosité, avec un taux volumique de porosité inférieur à 5% si la pression est supérieure ou égale à 5bar. C'est pour cela que lors de la mise en œuvre des matériaux composites, la pression appliquée et la dépression doivent être optimisées en fonction des paramètres rhéologiques des matériaux pour éviter la croissance des pores.

L'augmentation de la température va favoriser l'apparition de pores mais elle va aussi favoriser leur croissance en aidant la diffusion des espèces mobiles au sein du matériau [39].

L'ensemble des paramètres des différents procédés de mise en forme des composites hautes performances est résumé dans le diagramme d'Ishikawa en fig. 12

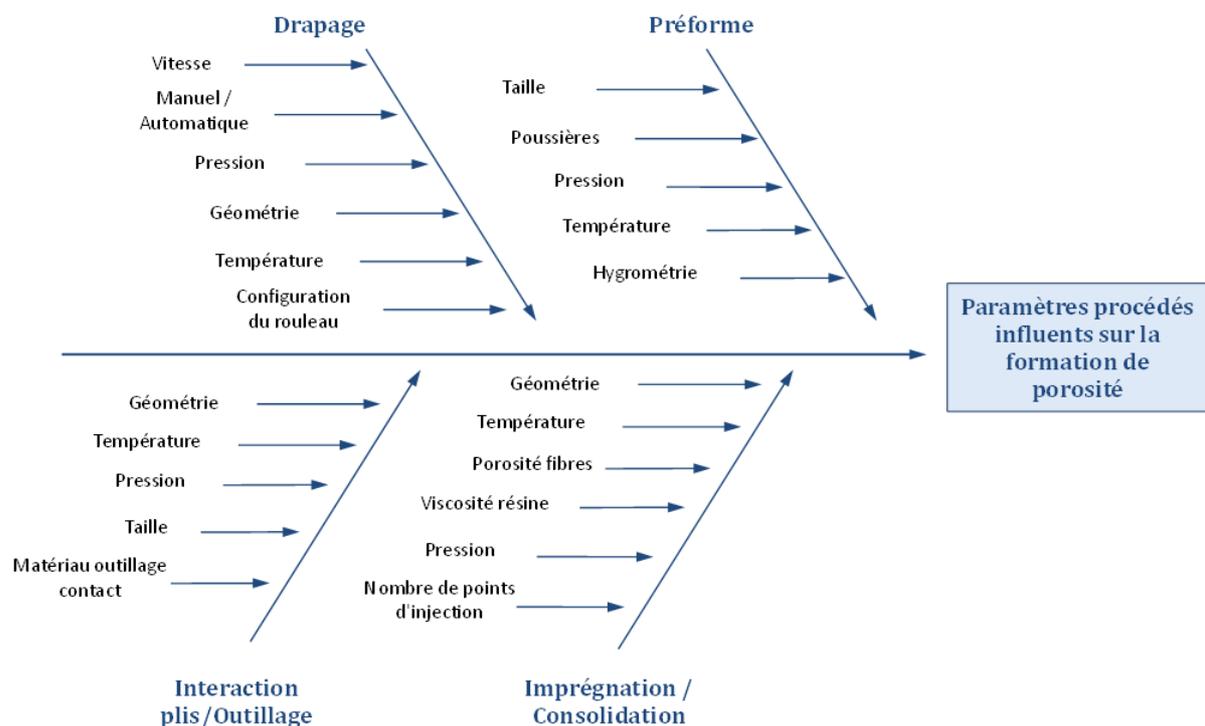


Figure 12 : Paramètres procédés influents sur la formation de la porosité

1.2.2 Les effets des pores sur le comportement mécanique du composite

Les pores dans les composites représentent des défauts très importants qui ont une certaine influence néfaste sur les propriétés mécaniques du composite ce qui explique pourquoi il y a eu beaucoup d'études faites sur ce sujet.

Les différents auteurs sont tous en accord avec le fait qu'en dessous d'un certain pourcentage de taux volumique de porosité, compris entre 0.5 et 1% en fonction du matériau étudié, les pores n'ont pas d'influence sur le comportement mécanique de la pièce, à condition qu'ils soient bien répartis dans l'espace.

À noter que le comportement mécanique est affecté dès qu'un taux volumique de porosité supérieur à 1% est atteint. Les pores ont notamment une forte influence sur la résistance au cisaillement interlaminaire (ILSS pour InterLaminar Shear Stress). La figure 13 montre la diminution de l'ILSS en fonction du taux volumique de porosité pour un matériau composite carbone/époxy pour différentes études [25]. La dispersion des résultats des différents travaux est due essentiellement à la nature du matériau, différente pour chaque étude (préimprégné ou nappe, types de fibre ou types de résine) [27] [38] [40] [41] [42] [43]. La diminution moyenne de l'ILSS est estimée à 6% par unité volumique de taux de porosité pour un stratifié carbone/époxy. Les travaux de Wisnom et al. [44] ont mis en évidence le fait que les pores, qui sont suffisamment grands (diamètre > 0.2 mm), sont à l'origine de l'amorçage de fissures : la présence de porosité diminue la surface de contact entre la matrice et les fibres ce qui favorise la rupture en cisaillement interlaminaire.

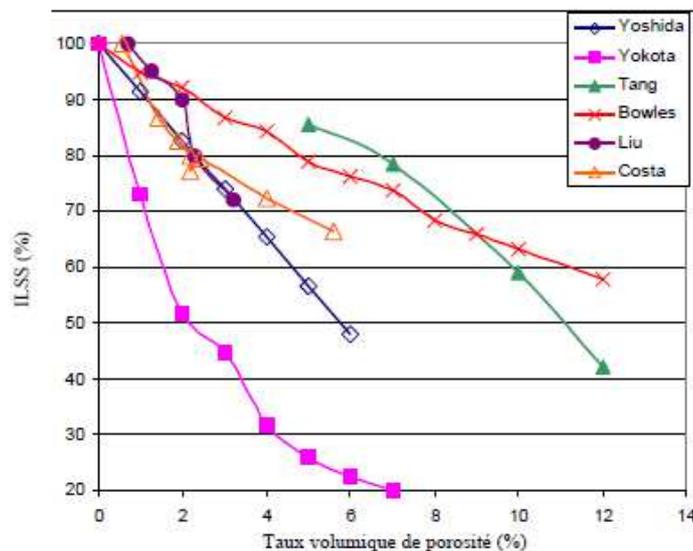


Figure 13 : Variation relative de l'ILSS en fonction du taux volumique de porosité pour des matériaux composites carbone/époxy [25]

La porosité affecte donc beaucoup le cisaillement interlaminaire en statique mais aussi en dynamique. Les travaux de Costa et al. [43], repris par Müller de Almeida et al. [45] pour une sollicitation en flexion statique puis dynamique ont défini un modèle permettant d'estimer la durée de vie de l'échantillon N (en nombre de cycle) en fonction de sa ténacité H (évaluée empiriquement), de sa contrainte à rupture en flexion σ_{max} mesurée en statique et de la qualité du stratifié, représenté par l'atténuation du signal ultrasonore qui est fonction du taux de porosité (1) :

$$\log(N) = 9,1 \left(1 - \frac{\sigma_{max}}{H(\alpha)^{-m}} \right) \quad (1)$$

Le nombre de résultats obtenu en fatigue n'était pas cependant suffisant pour confirmer la validité de la relation. Elle peut néanmoins être utilisée pour déterminer qualitativement l'influence néfaste de la porosité sur le comportement mécanique en fatigue d'une pièce composite carbone/époxy.

En ce qui concerne les autres propriétés mécaniques en traction, en compression ou en cisaillement plan, l'influence de la porosité est moins importante bien que non négligeable [27] [46].

Les porosités génèrent ainsi des singularités géométriques et matérielles dans le matériau composite. Ces singularités génèrent des concentrations de contraintes locales et des changements de propriétés locales des matériaux, une porosité est une « poche de vide » sans renfort et sans résine. Ces éléments se traduisent par des abattements des propriétés mécaniques.

1.2.3 Les différents moyens de caractérisation de la porosité

Il se révèle difficile d'observer et de quantifier les pores dans leur ensemble ce qui limite l'étude de leur formation et de leur influence. Il existe cependant certains outils de caractérisation qui amènent à un résultat correct. L'étude a comme perspective de caractériser mécaniquement les échantillons ayant des défauts de porosités, c'est pour cela que l'étude se base sur des moyens de caractérisation non-destructifs. Cependant, il existe des méthodes de caractérisation destructives qui peuvent être utilisées dans un cas spécifique, comme la dégradation chimique qui donne de bons résultats sur le taux de porosité mais qui ne donne pas d'informations sur la répartition des pores ou leur morphologie.

A. Analyse d'images

L'analyse d'image est le procédé le plus utilisé dans l'étude des matériaux pour caractériser morphologiquement et quantitativement la porosité, mais c'est aussi le procédé le plus ancien avec des premières recherches sur le sujet dans le milieu du XIX^{ème} siècle par le géologue A. Delesse. Ensuite, les travaux sur l'analyse d'image ont été fortement développés sur les céramiques, notamment avec les études d'Aliotti [47] et Redon et al [48]. Ces deux études définissent le protocole expérimental à suivre pour caractériser la microstructure d'une céramique ou d'un béton renforcé par des fibres métalliques.

L'échantillonnage doit d'abord être bien préparé pour pouvoir valider et généraliser les résultats obtenus à l'intégralité de la pièce analysée [49]. La surface à analyser est ensuite préparée par attaque chimique et/ou polissage [50] [51].

L'analyse d'images peut alors être utilisée. Elle se fera avec la technique la mieux adaptée, en fonction du matériau analysé et de l'échelle de travail. La microscopie optique est généralement utilisée, ou la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Le microscope optique peut aller jusqu'à un grossissement x100 mais son utilisation est limitée par la résolution en épaisseur (quelques microns) et nécessite une surface d'échantillon très plate. Le MEB peut aller à des grossissements bien plus élevés, jusqu'à x100000, mais l'échantillon doit néanmoins être conducteur ce qui induit une étape de métallisation de l'échantillon pour le cas d'un composites à matrice polymère.

La micrographie est acquise sous format numérique à l'aide généralement d'une caméra CCD (Charge-Coupled Device) et d'un logiciel.

Elle est ensuite traitée afin d'extraire les informations intéressantes comme le taux surfacique de porosité comme cela peut être observé sur la figure 14 et, grâce à une étude statistique, ces résultats peuvent être généralisé à l'ensemble de la pièce [52]. En utilisant des relations stéréométriques, il est possible d'obtenir les caractéristiques d'un matériau dans l'espace R^3 à partir des mesures réalisées dans l'espace R^2 , comme dans les travaux de Russ et al. [48].

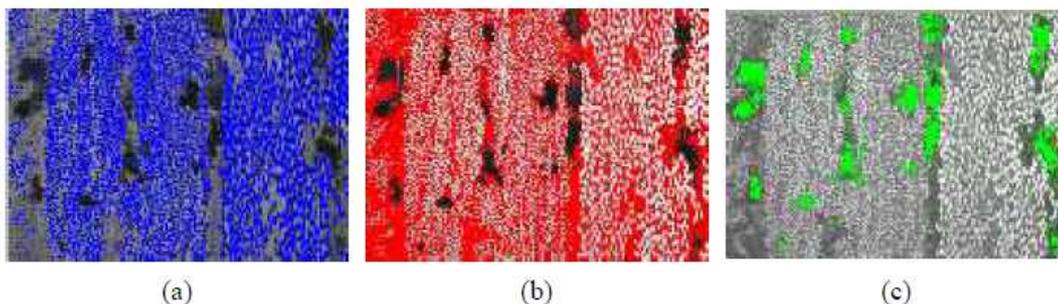


Figure 14 : Identification et quantification des différentes phases composant un stratifié carbone/epoxy avec (a) bleu = fibres de carbone, (b) rouge = matrice époxy et (c) vert = porosités [25]

L'analyse d'image est la technique la plus fiable et la plus informative (localisation, morphologie) sur la porosité. Cependant c'est un procédé qui est une simple observation d'échantillons, aux dimensions faibles comparées aux structures étudiées. Il faut donc faire un vrai travail sur l'échantillonnage afin de pouvoir généraliser les résultats et en déduire la représentation des pores au niveau de la structure.

B. Micro-Tomographie

La micro-tomographie est une technique d'analyse 3D récente qui fournit une image volumique de la répartition du coefficient d'absorption linéaire des rayons X (noté μ). Pour le cas d'un matériau composite stratifié, les différents matériaux constituants absorbent différemment les rayons X et il est alors possible d'extraire par segmentation une image 3D de la microstructure du composite.

Les travaux de Schell et al. [53] amènent à une cartographie 3D du réseau fibreux et des pores au sein d'un composite stratifié verre/époxy comme illustrée sur la figure 15. Ces travaux ainsi que ceux de Saint-Martin [54], décrivent le protocole pour obtenir une cartographie 3D de la porosité dans les composites. Le taux volumique de porosité est alors calculé avec précision et des analyses de la répartition des pores et de leurs morphologies peuvent être tirées à partir de ces résultats.

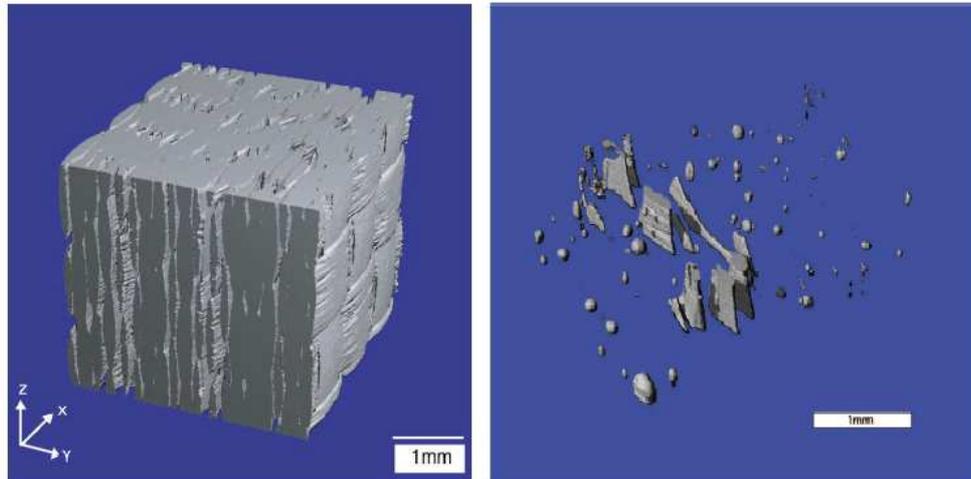


Figure 15 : Représentation 3D de la micro-tomographie d'un composite stratifié fibre de verre/époxy, avec à gauche le réseau de fibre et à droite les porosités. [53]

Cependant ce procédé reste très onéreux et est surtout applicable à de très petits échantillons qui ne sont pas forcément de la taille du volume élémentaire représentatif (VER).

C. Analyse par ultrasons

La technique d'analyse par ultrasons est très utilisée dans le milieu industriel car c'est une technique de caractérisation non destructive qui permet d'analyser la totalité d'une pièce et d'évaluer la quantité de défauts de porosité en un temps assez raisonnable.

Cette technique se base sur le fait que la présence de pores dans un matériau va en général perturber la propagation des ondes ultrasonores [43]. En comparant l'amplitude du signal d'entrée et du signal de sortie, la quantité de pores au sein de l'échantillon peut être estimée [27]. La figure 16 représente le graphe des séries successives de C-Scan, avec F, D et B les réponses respectives données par la réflexion de l'onde sur la surface, l'intérieur et le fond de la pièce. Ce procédé d'analyse repose sur la comparaison de l'atténuation du signal ultrasonore mesurée sur l'échantillon par rapport à l'atténuation mesurée sur des éprouvettes étalons. Le taux volumique de pores et leur répartition au sein de la pièce peuvent être estimés. Cependant cela reste une estimation et non une mesure précise du taux de porosité.

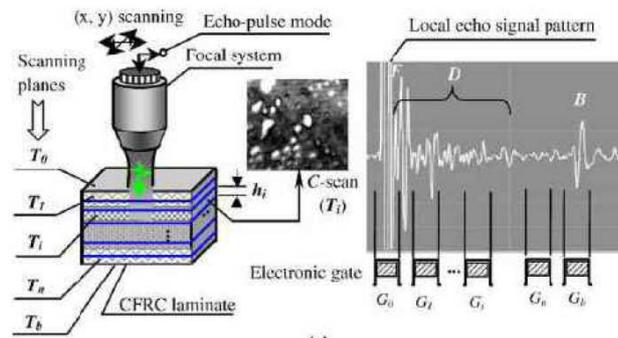


Figure 16 : Principe de mesure par ultrasons pour un stratifié [27]

Conclusions et perspectives sur la porosité

La porosité, dans un composite stratifié, se définit par des cavités qui renferment du gaz. Ces pores se développent lors de la mise en œuvre du composite lors des étapes de drapage, d'imprégnation ou de consolidation. Ils existent plusieurs paramètres de procédé qui dominent la création et le développement de ces défauts. Les pores ont une influence néfaste sur le comportement mécanique du composite, et principalement en cisaillement interlaminaire où la résistance chute considérablement avec l'augmentation du taux de porosité. Cette diminution des propriétés mécaniques du matériau à cause de la présence de pores se retrouve en statique mais aussi en dynamique avec des propriétés en fatigue amoindries. Les moyens de caractérisation de ce défaut sont principalement l'analyse d'images par microscope optique ou MEB, l'analyse par micro-tomographie et l'analyse par ultrasons.

Ces différentes techniques de caractérisation sont complémentaires car l'une va donner une bonne information sur la morphologie des pores mais une faible information sur la répartition ou sur le taux volumique de porosité, et inversement. La technique destructive de caractérisation par dégradation chimique peut se révéler une bonne alternative pour quantifier le taux de porosité.

Le problème reste de savoir si la porosité est un défaut homogène qui a tendance à bien se répartir au sein d'une structure et si ce n'est pas le cas, est ce que l'étude de ce défaut sur un échantillon est représentative d'une structure telle qu'une pale d'éolienne.

II. Endommagement en fatigue

II.1 Les différents types d'endommagement

Lorsqu'un défaut ou un endommagement est présent au sein d'un composite stratifié, la matrice et l'interface fibre/matrice sont les premières à se dégrader en commençant par des défauts microscopiques comme la micro-fissuration de la matrice ou la décohésion fibre/matrice comme le montrent les figure 17a et figure 18.

Les défauts deviennent plus importants, changent d'échelle et de vitesse d'apparition avec une coalescence des micro-défauts qui provoque des ruptures transverses, des délaminages qui sont observables sur la figure 17b, des ruptures de fibres observables sur la figure 17c et 18.

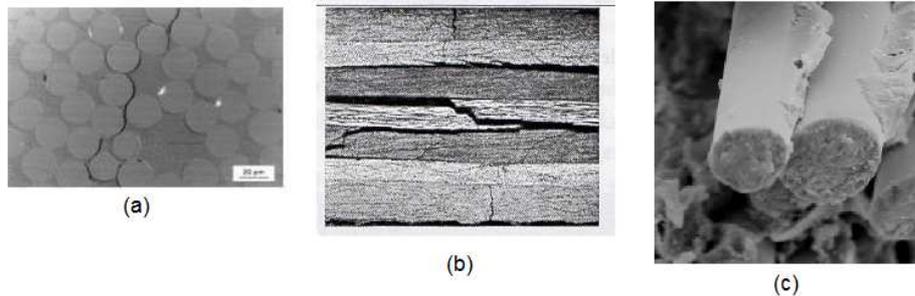


Figure 17 : (a) décohésion fibre/matrice, (b) délaminage et (c) rupture de fibres [6]

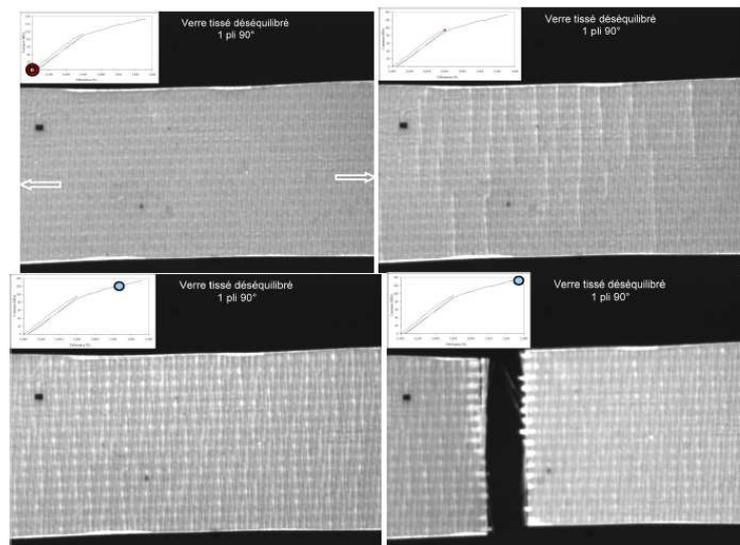


Figure 18 : Endommagement dans un pli orienté à 90° lors d'un essai de traction charge/décharge pour un stratifié verre/époxy [55]

II.2 Chargement en fatigue

Les structures, telles que les pâles d'éolienne, sont des pièces qui subissent aussi des charges répétées, aléatoires ou cycliques de plus ou moins forte intensité en superposition de son chargement nominal. Dès que le vent est suffisant pour entraîner aérodynamiquement la pale, celle-ci subit un chargement dynamique aléatoire, avec une valeur moyenne et une amplitude aléatoires, dépendant du vent, et donc du temps. Par des méthodes de type RainFlow, tu peux ramener ces chargements aléatoires à des chargements cycliques types, générant un endommagement de fatigue équivalent.

C'est pour cela qu'il faut prendre en compte le phénomène de fatigue dans l'étude de la structure car il conduit à des ruptures sous chargement plus faible que la limite de rupture sous chargement statique.

Pour bien dimensionner la structure, il est donc nécessaire de prédire la durée de vie de la structure ou de la dimensionner avec une contrainte maximale inférieure à la limite de fatigue (seuil d'endurance).

L'étude du comportement en fatigue se décompose en 3 étapes [56].

- Première étape au cours de laquelle le composite est chargé jusqu'à un certain nombre de cycles entre une contrainte minimale σ_{min} et une contrainte maximale σ_{max} .
- Deuxième étape avec un cycle charge/décharge permettant de mesurer la rigidité résiduelle du stratifié
- Troisième étape avec un palier d'observation permettant d'analyser l'endommagement et son évolution.

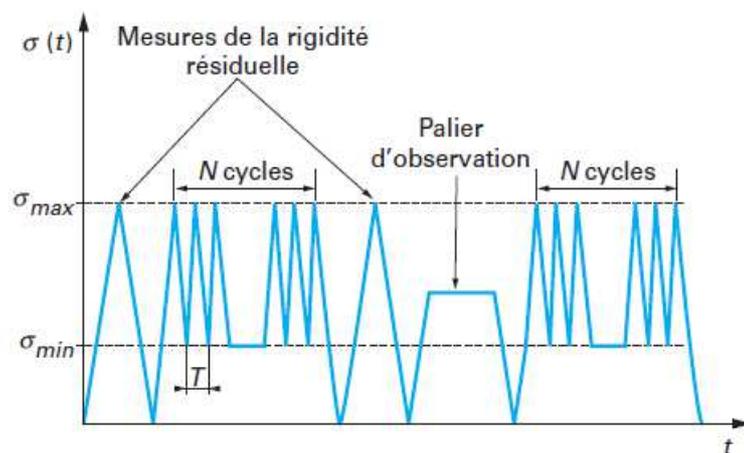


Figure 19 : Traction cyclique ondulée, procédure d'analyse [56]

II.3 Endommagement en fatigue

En se plaçant à l'échelle du pli, le comportement sous charge cyclique des matériaux composites stratifiés montre une baisse des propriétés mécaniques de résistance en fatigue et une baisse sensible de certaines rigidités lorsque le niveau de chargement ou le nombre de cycles augmente. La variation relative de rigidité est l'effet global à l'échelle du matériau de l'endommagement, qui correspond à la dégradation à l'échelle locale puis globale du matériau, par amorçage et propagation local puis global de fissures. Cette chute des propriétés mécaniques est due à la fissuration interne qui s'amorce au sein du composite. L'évolution de la rigidité dépend beaucoup du type d'empilement et de la direction de sollicitation, mais il existe une évolution globale qui décrit l'endommagement des composites stratifiés, que montre la figure 20, comme l'explique Reifsnider dans ces études [57]. L'évolution de l'endommagement est généralement illustrée par une courbe S-N (Stress function of Number of cycle) aussi appelée courbe de Wöhler.

- Première phase d'initiation avec naissance de micro-dommages
- Deuxième phase de croissance régulière et lente des dommages avec chute progressive de la rigidité de par le développement progressif des micro-dommages
- Troisième phase avec une baisse rapide de la rigidité qui conduit à la rupture du composite.

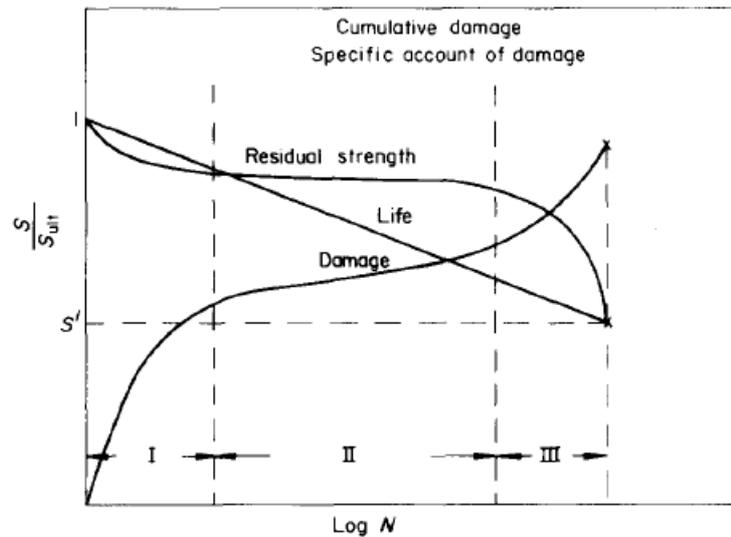


Figure 20 : Diagramme d'évolution S-N de la résistance résiduelle, de la variation des endommagements et de la vie de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles pour un stratifié graphite/époxy [57]

Les travaux de Wang [58] ont permis d'identifier les différences de comportement en fatigue, d'un composite stratifié UD verre/époxy pour un essai de traction, dont le comportement est visible en figure 21 et un essai de flexion, dont les résultats sont visibles sur la figure 22 pour différentes valeurs de sollicitation.

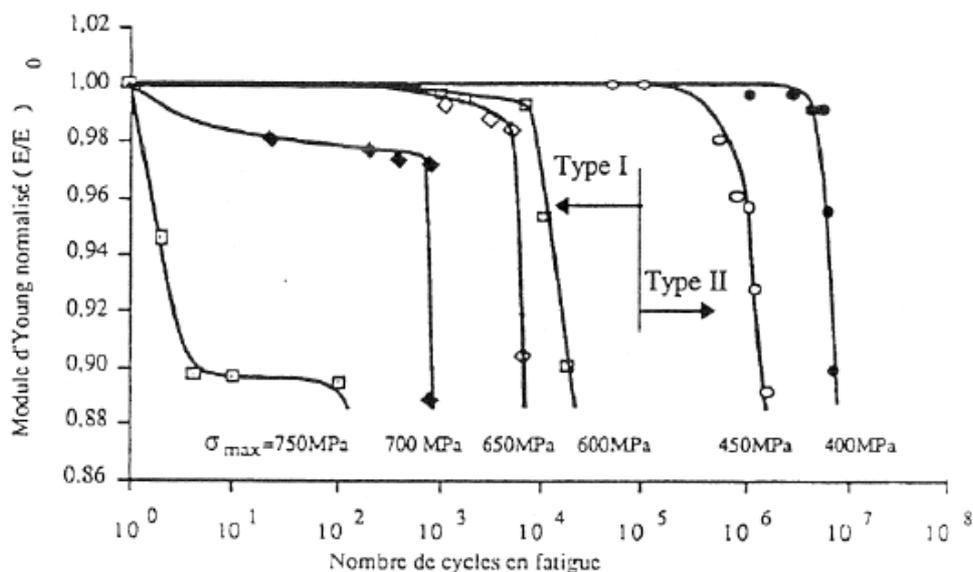


Figure 21 : Courbes S-N pour un composite stratifié UD verre/époxy en fatigue sous traction ondulée [58]

Pour un essai de fatigue en traction comme sur la figure 21, Wang définit deux types de rupture qui dépendent de la contrainte maximale appliquée : un premier type (Type I) caractérisé par une rupture de fibres suivie par des délaminages et un second type (type II) caractérisé par une rupture aux interfaces fibres/matrice, due au cisaillement. Pour chaque type, une évolution en plusieurs stades est constatée, 3 stades pour le type I et 2 stades pour le type II. Pour le type I, un premier stade est mis en évidence avec soit une chute brutale du module d'Young ($\sigma_{\max} > 700$ MPa) où la charge maximale appliquée en fatigue est assez grande pour amorcer des ruptures de fibres, soit une phase d'accommodation pour des charges plus faibles où le module d'Young varie peu. Le deuxième stade correspond à une diminution progressive de la raideur qui s'explique par l'apparition de rupture de fibres et de délaminage, et leurs propagations. Le troisième stade correspond à une perte de raideur d'au moins 10% où la dégradation du module d'Young s'accélère jusqu'à rupture finale de l'éprouvette.

Pour le type II, le premier stade correspond à une diminution progressive du module d'Young tout au long de l'essai jusqu'à moins de 10%. Le deuxième stade se définit par une chute brutale du module d'Young qui correspond à la rupture finale de l'éprouvette.

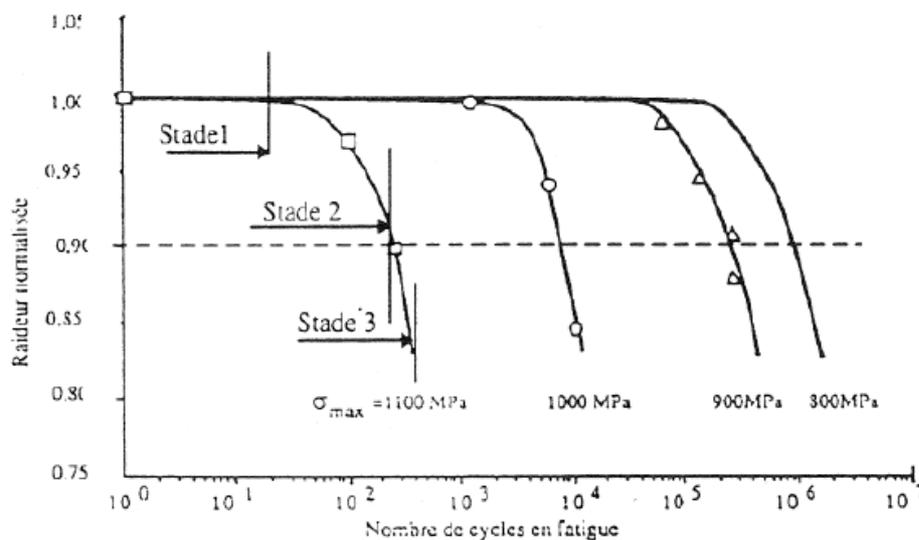


Figure 22 : Courbe S-N pour un composite stratifié verre/époxy UD en fatigue par flexion ondulée [58]

Pour un essai de flexion 3 points en fatigue, Wang décrit aussi 3 stades d'endommagement. Le premier stade correspond à une phase d'accommodation où la raideur varie très peu. Le deuxième stade est défini par une diminution progressive du module d'Young et l'apparition et l'augmentation du nombre de ruptures de fibres, et de délaminages sont observées. Le dernier stade, qui apparaît au-delà de 10% de perte de raideur, se caractérise par une rupture brutale de l'éprouvette à cause des ruptures de fibres par compression à partir du point d'application de l'effort qui progressent très rapidement dans l'éprouvette.

III. Modélisation d'un essai en fatigue jusqu'à rupture

III.1 Exemple de modélisation en fatigue jusqu'à rupture avec défauts

Cette partie se base sur les travaux de Naderi et al. [59] qui modélisent par éléments finis un essai de fatigue en traction sur un composite stratifié carbone/époxy. La modélisation de l'endommagement se divisera en 2 types :

- Une loi de dégradation instantanée :

Lorsqu'un élément, matrice et fibre, arrive à rupture, en se basant sur le critère de rupture, les propriétés diminuent instantanément à une valeur appropriée et l'élément ne résiste plus par rapport à la charge.

Si un élément rentre dans le cadre d'une dégradation instantanée, certaines ou toutes les propriétés du matériau sont réduites à un zéro virtuelle. Le type de propriété affectée dépend du type de rupture, et deux types de rupture soudaine sont considérés :

- o Rupture catastrophique :

Rupture fibre en traction ou compression $\rightarrow [E_{11}, E_{22}, E_{12}, \nu_{12}] = [0, 0, 0, 0]$

$$[X_b, X_c, Y_b, Y_c, S_{12}] = [0, 0, 0, 0, 0]$$

- o Rupture non catastrophique :

Rupture matrice en traction ou compression $\rightarrow [E_{11}, E_{22}, E_{12}, \nu_{12}] = [E_{11}, 0, E_{12}, 0]$

$$[X_b, X_c, Y_b, Y_c, S_{12}] = [X_b, X_c, 0, Y_c, S_{12}]$$

Rupture fibre/matrice en cisaillement $\rightarrow [E_{11}, E_{22}, E_{12}, \nu_{12}] = [E_{11}, E_{22}, 0, 0]$

$$[X_b, X_c, Y_b, Y_c, S_{12}] = [X_b, X_c, Y_b, Y_c, 0]$$

- Une loi de dégradation graduelle :

Elle se base sur l'approche phénoménologique de Shokrieh et Lessard [60] qui développent la notion de résistance et de rigidité résiduelle. Les différents paramètres de la loi sont déterminés expérimentalement par ajustement des courbes expérimentale et numérique.

$$\frac{E(n, \sigma, r) - \sigma}{R_s - \sigma} = \left[1 - \left(\frac{\log(n) - \log(0.25)}{\log(N_f) - \log(0.25)} \right)^\beta \right]^{\frac{1}{\alpha}} \quad (2)$$

$$\frac{E(n, \sigma, r) - \sigma}{E_s - \sigma} = \left[1 - \left(\frac{\log(n) - \log(0.25)}{\log(N_f) - \log(0.25)} \right)^\beta \right]^{\frac{1}{\alpha}} \quad (3)$$

On a donc une dégradation progressive des paramètres mécaniques en fonction du nombre de cycle en fatigue. Cette loi sera intégrée à la simulation numérique sous Abaqus pour simuler l'endommagement en fatigue.

L'étude de Naderi et Maligno se base sur l'exemple d'une plaque composite stratifiée sous traction en fatigue comme présenté sur la figure 23, en carbone/époxy AS4/3501-6 dont les propriétés sont connues [60] et sont présentées dans le tableau ci-dessous :

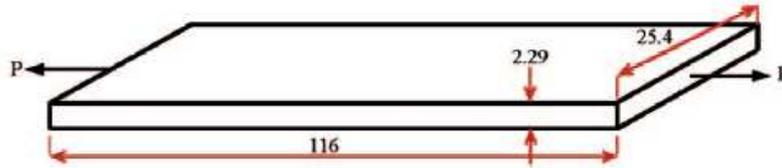


Figure 23 : Schéma et dimensions du stratifié étudié [59]

Material properties	AS4/3501-6
Longitudinal modulus, E_{11} (GPa)	138
Transverse modulus, E_{22} (GPa)	10.2
Shear modulus, E_{12} (GPa)	5.7
Poisson's ratio, ν_{12}	0.3
Material nonlinearity, δ	1.015×10^{-8}
Longitudinal tension strength, X_t (MPa)	2070
Longitudinal compression strength, X_c (MPa)	1380
Transverse tension strength, Y_t (MPa)	86
Transverse compression strength, Y_c (MPa)	230
In-plane shear strength, S (MPa)	186

Tableau 2 : Propriétés du composite carbone/époxy AS4/3501-6 [60]

Les résultats expérimentaux de l'étude de la résistance et de la rigidité résiduelle sont présentés sur la figure 24 (a)-(g). La fonction d'extrapolation de la courbe expérimentale se base sur les équations (2) et (3). Pour les figures 24 (a), (b) et (c) qui montrent les résultats expérimentaux dans le sens longitudinal, une légère augmentation de la résistance et de la rigidité est constatée et c'est pour cela qu'on les caractérise en transformant les équations (2) et (3) par :

$$\frac{E(n, \sigma, r) - \sigma}{R_s - \sigma} = [1 - N^a + cN^d(1 - N)^e]^{\frac{1}{b}} \quad (4)$$

$$\frac{E(n, \sigma, r) - \frac{\sigma}{\varepsilon_f}}{E_s - \frac{\sigma}{\varepsilon_f}} = [1 - N^a + cN^d(1 - N)^e]^{\frac{1}{b}} \quad (5)$$

a , b , c , d et e sont déterminés par ajustement des courbes expérimentale et numériques, et N est le nombre de cycles normalisé et se calcule de la manière suivante :

$$N = \frac{\log(n) - \log(0.25)}{\log(N_f) - \log(0.25)} \quad (6)$$

Les paramètres d'extrapolation expérimentale sont présentés dans le tableau 3.

	a	b	c	d	e	α	β	λ	γ
Longitudinal stiffness	2.07	0.63	2.62	2.07	0.74	-	-	-	-
Longitudinal tensile strength	3.76	0.77	1.72	2.3	0.99	-	-	-	-
Longitudinal compressive strength	5.03	0.01	1.07	5.07	0.03	-	-	-	-
Transverse stiffness	-	-	-	-	-	-	-	14.77	0.1155
Transverse tensile strength	-	-	-	-	-	9.6287	0.1255	-	-
Transverse compressive strength	-	-	-	-	-	67.36	0.0011	-	-
Shear stiffness	-	-	-	-	-	-	-	0.7	11

Tableau 3 : Paramètres d'extrapolation expérimentale pour le composite carbone/époxy AS4/3501-6 [59]

Pour prédire le comportement en fatigue du stratifié sous contrainte, on crée une éprouvette du même type que sur la figure 23, sous le logiciel commercial Abaqus, sans considérer les phénomènes de délamination, et l'éprouvette est maillée avec des éléments shell triangulaire à 3 nœuds (S3). La base de l'éprouvette est fixée en x et y, et l'autre base est chargée en fatigue avec une traction oscillatoire comme le montre la figure 25(a).

Les propriétés mécaniques du stratifié, et donc de chaque élément, sont attribuées aléatoirement en fonction d'une distribution gaussienne avec une variation de $\pm 0.3\%$, dans le but de répartir de manière stochastique les propriétés de résistance et de rigidité afin de prendre en compte les défauts initiaux.

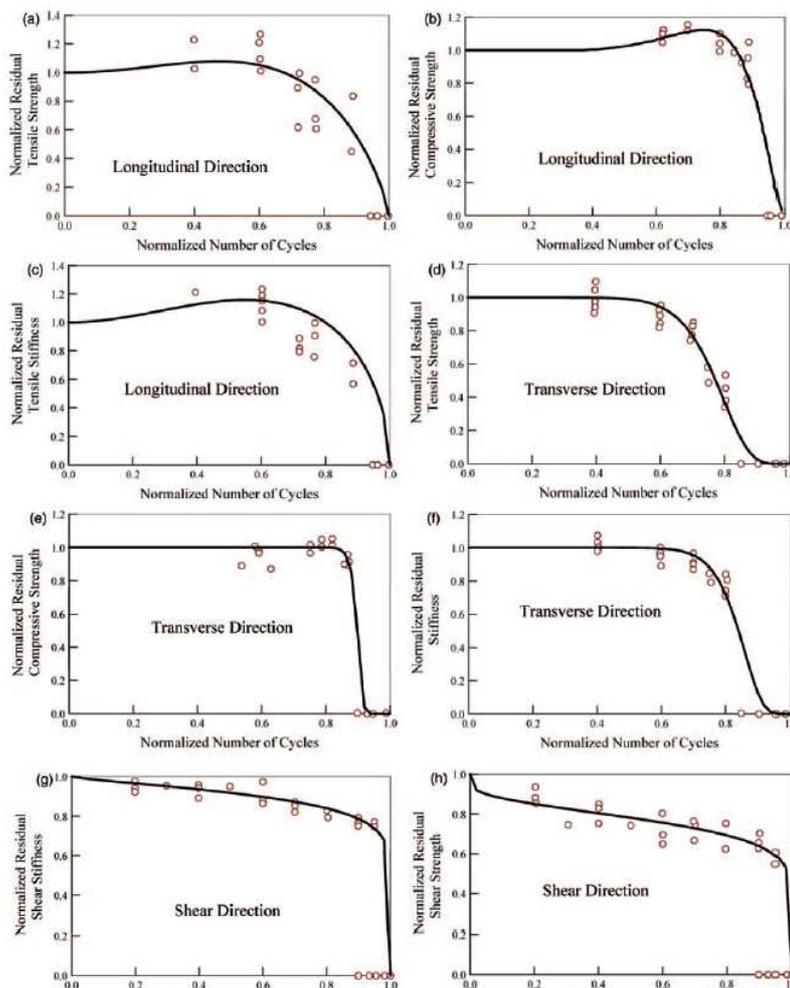


Figure 24 : Propriétés normalisées du stratifié carbone/époxy AS4/3501-6 en fonction du nombre normalisé de cycles sous traction en fatigue [59]

Il a été montré que les défauts de mise en forme des stratifiés tels que les porosités et les plissements sont à l'origine de l'amorçage d'endommagement tel que les phénomènes de délaminage. Pour prendre en compte ces défauts, les propriétés affectées à certains éléments sont estimés à 90% des propriétés du stratifié. La figure 25(b) représente la répartition gaussienne de la rigidité dans l'éprouvette.

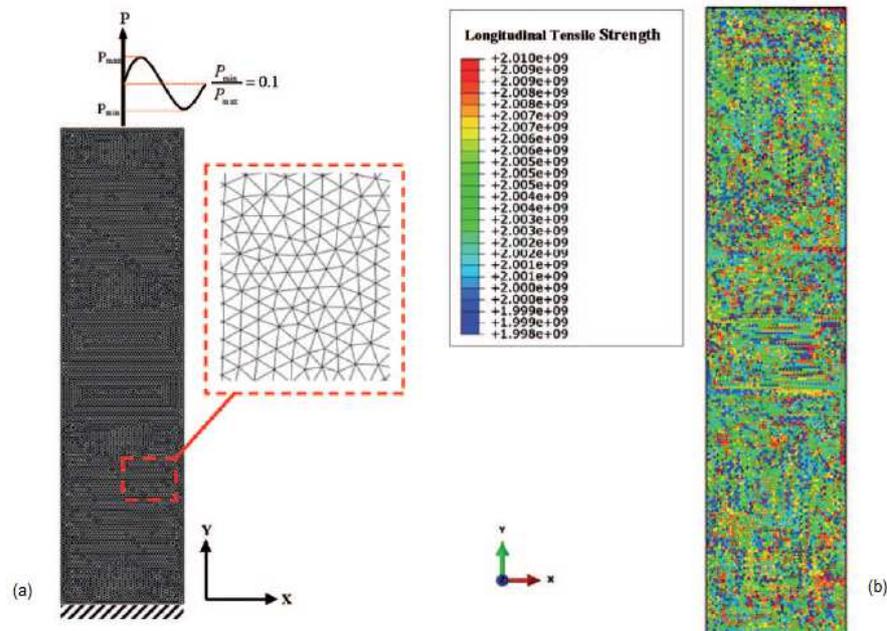


Figure 25 : Maillage de l'éprouvette (a) et répartition aléatoire gaussienne dans l'éprouvette (b) [59]

L'endommagement en fatigue est implémenté sous Abaqus en utilisant une subroutine UMAT et USDFLD. La subroutine UMAT, appelée pour chaque élément, définit les caractéristiques mécaniques du matériau. La subroutine USDFLD inclut des variables définies par l'utilisateur et est appelée pour chaque élément. Dans cette étude, les propriétés du stratifié dépendent de 5 variables : la première et la seconde sont le critère de rupture de fibre en traction et en compression, la troisième et la quatrième représentent le critère de rupture de la matrice en traction et en compression, et la cinquième est le critère de rupture de matrice/fibre en cisaillement.

Comme on peut le remarquer sur la figure 26 qui montre le déroulement de la simulation, on commence par la préparation du modèle. Ensuite, les propriétés du stratifié sont générées par une distribution gaussienne et sont attribuées à chaque élément. L'analyse des contraintes à la suite du cycle de fatigue basée sur le maximum et le minimum de la charge. La prochaine étape consiste à l'analyse des critères de rupture avec la subroutine USDFLD. Les valeurs des critères de rupture sont stockées comme variables d'état dépendant de la solution qui sont appelées dans la subroutine UMAT. Si le critère de rupture est supérieur à 1.0, alors on applique une loi d'endommagement instantané avec des propriétés qui sont diminuées jusqu'à une faible valeur.

La simulation construit alors une nouvelle matrice jacobienne et lors du prochain cycle, les critères de ruptures sont calculés en se basant sur la nouvelle distribution des contraintes.

Si les critères de rupture sont respectés, il n'y a pas d'endommagement instantané et les propriétés du matériau évoluent en fonction de la loi d'endommagement graduelle avec la résistance et la rigidité résiduelle. Le nouveau nombre de cycles est obtenu par addition du nombre d'incrément de cycles au dernier nombre de cycles.

La procédure est répétée à chaque cycle jusqu'à la rupture catastrophique et que le composite ne puisse plus subir de cycles.

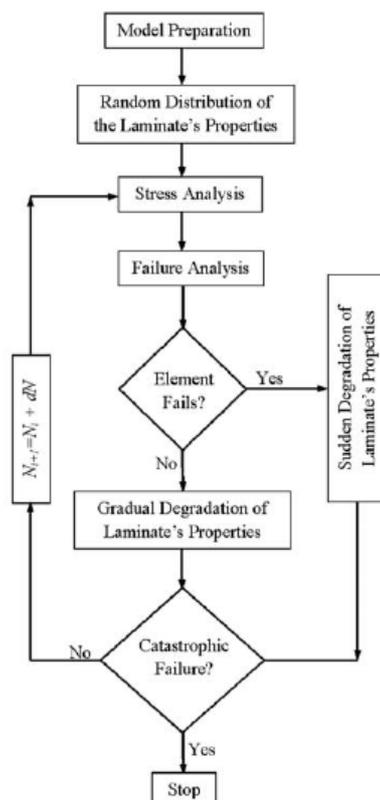


Figure 26 : Déroulement de la simulation de l'endommagement en fatigue [59]

III.2 Critère de rupture

Dans le cadre du projet SIMSCEF, 3 critères de rupture différents en quasi-statique seront examinés :

- Critère de Puck ;
- Critère de Hill ;
- Critère de Yamada-Sun.

L'étude de Hinton et al. [61] présente les résultats comparatifs entre plusieurs critères d'endommagement. La comparaison se fait sur 125 cas différents de chargement et les résultats sont classés en 4 catégories :

- A : Prédiction avec $\pm 10\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- B : Prédiction entre $\pm 10\%$ et $\pm 50\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- C : Prédiction supérieure à $\pm 50\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- NA : Pas de valeurs.

Le tableau 4 illustre les résultats de cette étude à travers un tableau récapitulatif.

Grade type	A	B	C	NA	A+B
Zinoviev	53	43	29	0	96
Bogetti	51	44	30	0	95
Puck	64	30	31	0	94
Cuntze	62	32	31	0	94
Tsai	50	35	40	0	85
Sun(L)	52	31	42	0	83
Edge	50	32	43	0	82
Huang	42	38	45	0	80
Mayes	52	27	46	0	79
Wolfe	39	31	55	0	70
Hart-Smith3	39	30	41	15	69
Chamis2	44	24	53	4	68
Rotem	37	30	58	0	67
Hart-Smith1	41	16	23	45	57
Hart-Smith2	36	19	25	45	55
Sun(NL)	21	17	21	66	38
Eckold	20	14	48	43	34
McCartney	10	4	4	107	14
Cuntze-B	59	38	28	0	97
Tsai-B	57	36	32	0	93
Mayes-B	58	33	34	0	91
Wolfe-B	53	32	40	0	85
Edge-B	51	34	40	0	85
Huang-B	43	37	45	0	80
McCartney-B	26	13	19	67	39

Tableau 4 : Tableau comparatif des différents critères de ruptures pour 125 cas de chargement différents [61]. Le chiffre représente le nombre de fois que le critère a satisfait au niveau i (A, B, C ou NA).

On observe bien que le critère de Puck est le critère qui a le plus de bons résultats, c'est-à-dire de résultats A. On retrouve derrière le critère de Hill, qui ici est désigné par Tsai et qui est un critère de Hill modifié, et le critère de Yamada-sun, désigné ici par Sun. Ceci s'explique par le fait que le critère de Puck prend en compte non seulement la caractérisation de la rupture de la matrice mais aussi celle du délaminage. De plus, il ajoute une composante transverse.

On choisit alors, d'utiliser le critère de Puck dans notre étude. Le critère de Puck [62] se définit tel que :

- Rupture des fibres :

$$f_{E(F)} \begin{cases} \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^t} = 1 & \text{pour } \sigma_1 \geq 0 \\ \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^c} = 1 & \text{pour } \sigma_1 \leq 0 \end{cases} \quad (7)$$

Avec R_{\parallel}^t et R_{\parallel}^c les contraintes à la rupture longitudinale en traction et compression.

- Rupture de la matrice :

$$f_{E(IFF)} \begin{cases} \sqrt{\left[\left(\frac{1}{R_{\perp}^t} - \frac{P_{\perp\psi}^t}{R_{\perp\psi}^A}\right)\sigma_n(\theta)\right]^2 + \left(\frac{\tau_{nt}(\theta)}{R_{\perp\perp}^A}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}(\theta)}{R_{\perp\parallel}}\right)^2} + \frac{P_{\perp\psi}^t}{R_{\perp\psi}^A}\sigma_n(\theta) = 1 & \text{pour } \sigma_n \geq 0 \\ \sqrt{\left(\frac{\tau_{nt}(\theta)}{R_{\perp\perp}^A}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}(\theta)}{R_{\perp\parallel}}\right)^2 + \left(\frac{P_{\perp\psi}^c}{R_{\perp\psi}^A}\sigma_n(\theta)\right)^2} + \frac{P_{\perp\psi}^c}{R_{\perp\psi}^A}\sigma_n(\theta) = 1 & \text{pour } \sigma_n \leq 0 \end{cases} \quad (8)$$

Avec R_{\perp}^t la contrainte à la rupture en traction transversale, $R_{\perp\parallel}$ la contrainte à la rupture en traction à $\pm 45^\circ$, $R_{\perp\perp}^A$ la résistance en compression transversale et $R_{\perp\psi}^A$ la résistance en cisaillement.

IV. Etude statistique et probabiliste

Les variables aléatoires sont des termes qui définissent la variabilité d'un paramètre par une fonction qui suit généralement une loi de probabilité comme la loi normale, la loi log-normal, la loi de Weibull ou autres. Pour l'étude d'une structure ou d'un chargement, les variables aléatoires vont se diviser entre les variables aléatoires du procédé de mise en forme de la structure conduisant à de la variabilité dimensionnelle et matérielle, du matériau et du chargement. Dans le cas du projet SIMSCEF, la variabilité du process ne sera pas étudiée car les plaques composites sont sous-traitées et on ne peut donc pas connaître parfaitement le protocole de mise en forme. C'est pour cela que seules les variables aléatoires du matériau, des défauts et du chargement sont considérées.

IV.1 Variables aléatoires matériau

Dans le cas des matériaux composites, la variabilité est assez importante du fait que le matériau est en lui-même un assemblage de 2 phases : les fibres et la résine et que l'arrangement du renfort dans la résine n'est pas régulier. Un certain nombre de paramètres aléatoires pour définir le matériau doit donc être considéré. L'épaisseur d'un échantillon est aussi un paramètre assez variable, et encore plus pour un composite stratifié pour lequel l'épaisseur de chaque pli peut varier de façon assez importante comme le montre l'étude de Davila et al. [63]. Ils ont étudié la variation d'épaisseur de chaque pli pour un composite stratifié carbone/epoxy.

La figure 27 montre les variations d'épaisseur de la plaque, alors que sur les figures 28 et 29, on peut clairement voir les variations d'épaisseur de chaque pli avec une micrographie de l'empilement des plis.

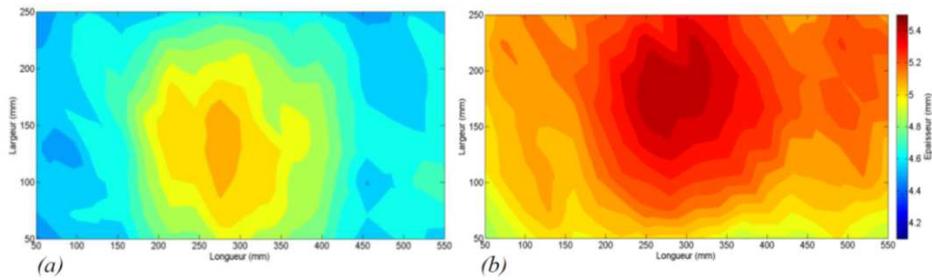


Figure 27 : Différentes épaisseurs de plaque [63]

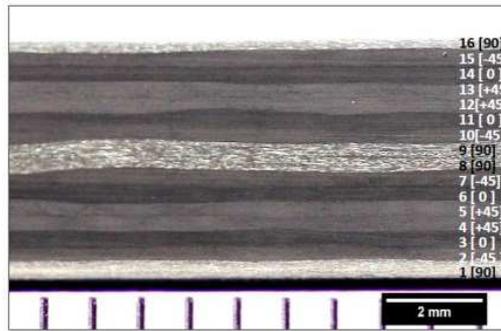


Figure 28 : micrographie de la section transversale de l'échantillon B2 [63]

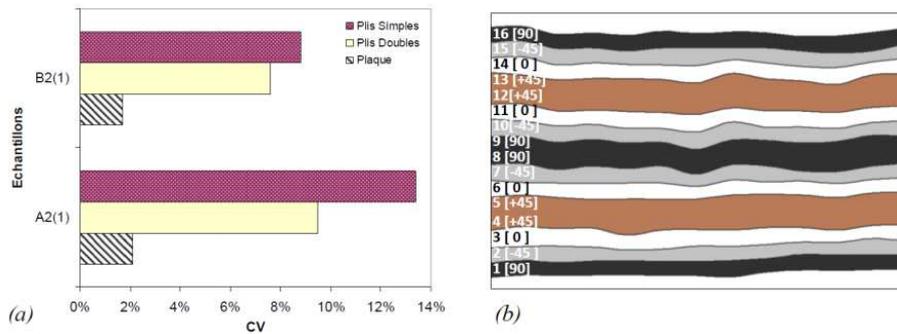


Figure 29 : Variation dans l'épaisseur de la plaque : a) comparaison entre les coefficients de variation de l'épaisseur des plis et de la plaque, et b) reconstruction de l'épaisseur de plis de l'échantillon A [63]

L'épaisseur de chaque pli du stratifié varie de façon plus ou moins prononcée et de façon beaucoup plus importante comparée aux variations d'épaisseur de la plaque. De plus, les variations d'épaisseur des plis et de la plaque entraînent des variations locales de propriétés mécaniques.

L'étude de Davila et al. [63] s'intéresse aussi à la variation d'orientation des plis dans les composites stratifiés. En effet, chaque pli est censé avoir une orientation précise mais celle-ci peut varier de quelques degrés comme on peut l'observer sur la figure 30.

Un autre paramètre du matériau qui peut avoir des variations importantes est la fraction volumique de fibre. Ramamurty et Seshacharyulu [64] ont étudié la non-homogénéité de la fraction volumique de fibres et on observe bien sur la figure 31, la variation de ce paramètre qui peut atteindre plus de 20% en variant entre 60% et 70% pour le matériau en points noirs, et entre 65% et 85% pour l'autre.

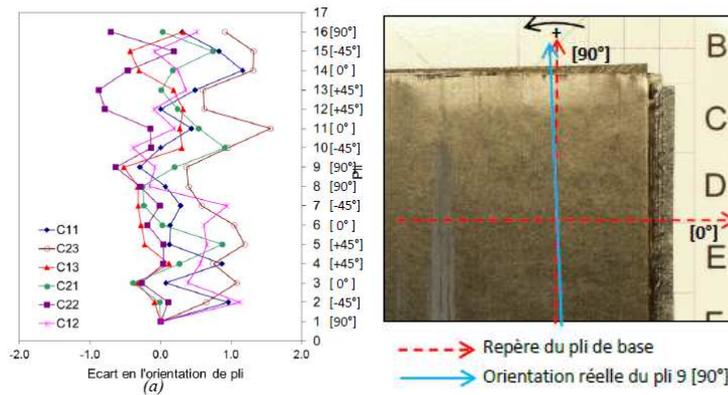


Figure 30 : Variation d'orientation des plis d'un stratifié carbone/epoxy [63]

Les fibres sont les éléments d'un composite qui présentent les paramètres ayant la plus forte variabilité, que ce soit en terme de fraction volumique comme vu ci-dessus mais aussi en terme de dimensions et de propriétés mécaniques. En effet le diamètre des fibres varie dans un composite, ce qui a été mis en évidence par Chermaneau dans sa thèse [65]. Sur la figure 32, on observe bien la répartition des petits (noté d) et grands (noté D) diamètres des fibres.

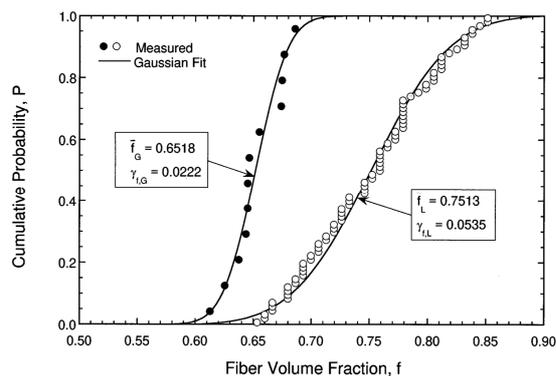


Figure 31 : Variation de la fraction volumique de fibres sur une éprouvette et sur un ensemble d'éprouvettes [64]

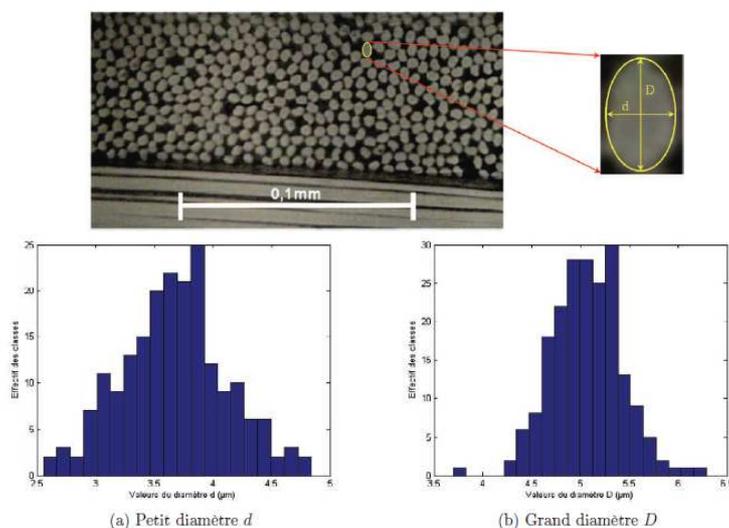


Figure 32 : Micrographie d'un échantillon et histogramme de classes des diamètres d et D [65]

Ces variations de diamètre de fibre, de fraction volumique de fibre et d'épaisseur de pli amènent à des plaques de composites avec des propriétés mécaniques non-homogènes qui peuvent varier plus ou moins. Plusieurs études sont disponibles dans la littérature et abordent cette variation au sein d'un composite. Sriramula et Chryssanthopoulos [66] [67] ont étudié ce sujet sur un stratifié fibres de verre et ont observé des variations plus ou moins importantes pour le module d'Young, la résistance en traction et en compression comme le montre la figure 33.

La variabilité des propriétés mécaniques due à celle des fibres va dépendre du type de fibre comme le démontre la thèse de Liang [68]. La figure 34 montre le fait que toutes les propriétés mécaniques sont sujettes à de la variabilité plus ou moins importante et qu'elle dépend bien du type de fibre (synthétique ou végétale).

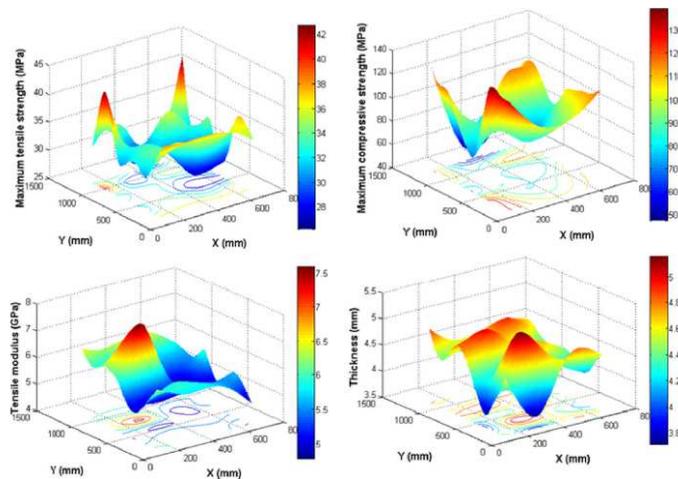


Figure 33 : Variations spatiales des propriétés mécaniques pour une plaque de composite [66]

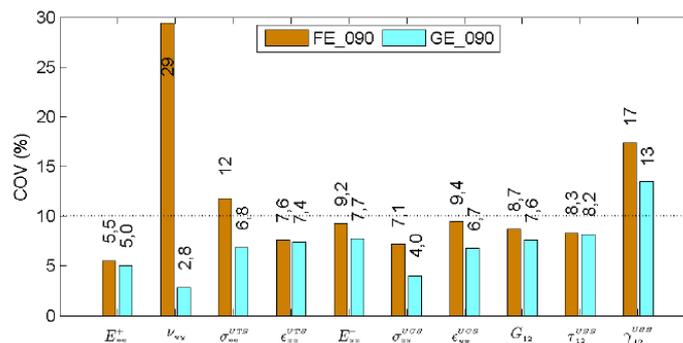


Figure 34 : Comparaison des covariances des propriétés en traction, compression et cisaillement pour un lin/epoxy et un verre/epoxy [68]

Ces phénomènes de variabilité au sein d'un composite se produisent à différentes échelles et peuvent être reliés. Une fois les variables aléatoires du matériau identifiées, elles sont étudiées afin d'identifier quelle loi de probabilité elles suivent. Chermaneau identifie cette démarche dans sa thèse [65] et la résume sous forme d'un schéma qui est présenté en figure 35.

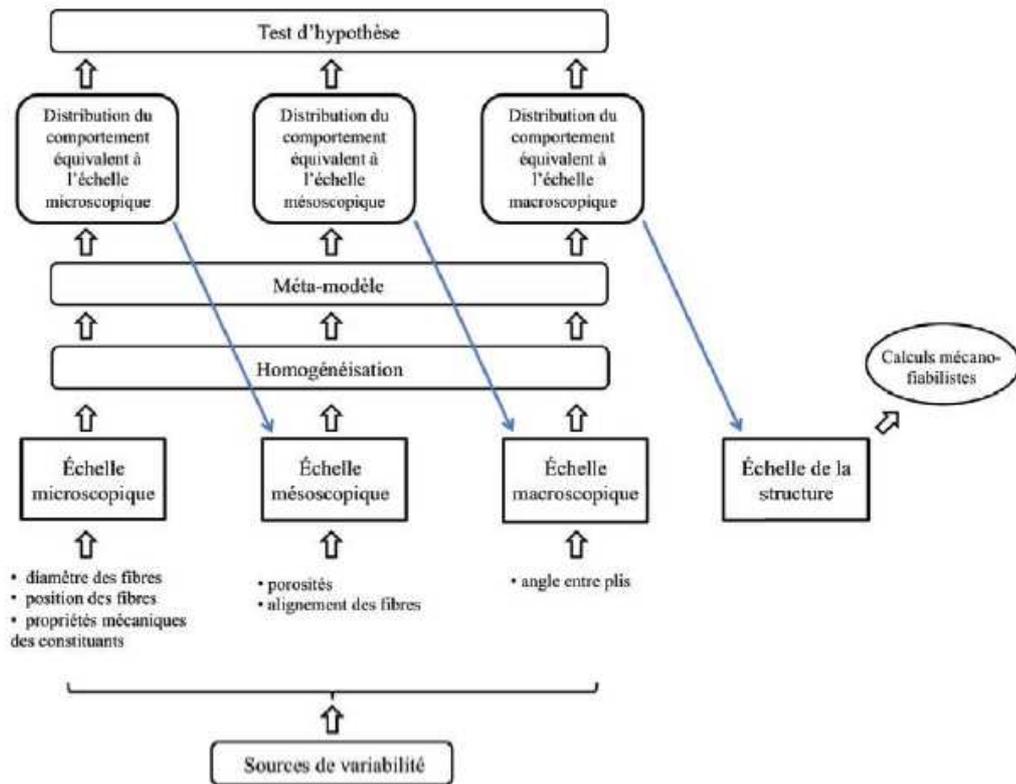


Figure 35 : Schéma des différentes sources de variabilité au sein d'un composite [65]

Une fois la loi de distribution identifiée pour chaque paramètre, on peut les intégrer à une analyse de sensibilité ou de fiabilité comme décrit sur la figure 36 tirée de l'étude de Sanchez-Heres et al. [69]

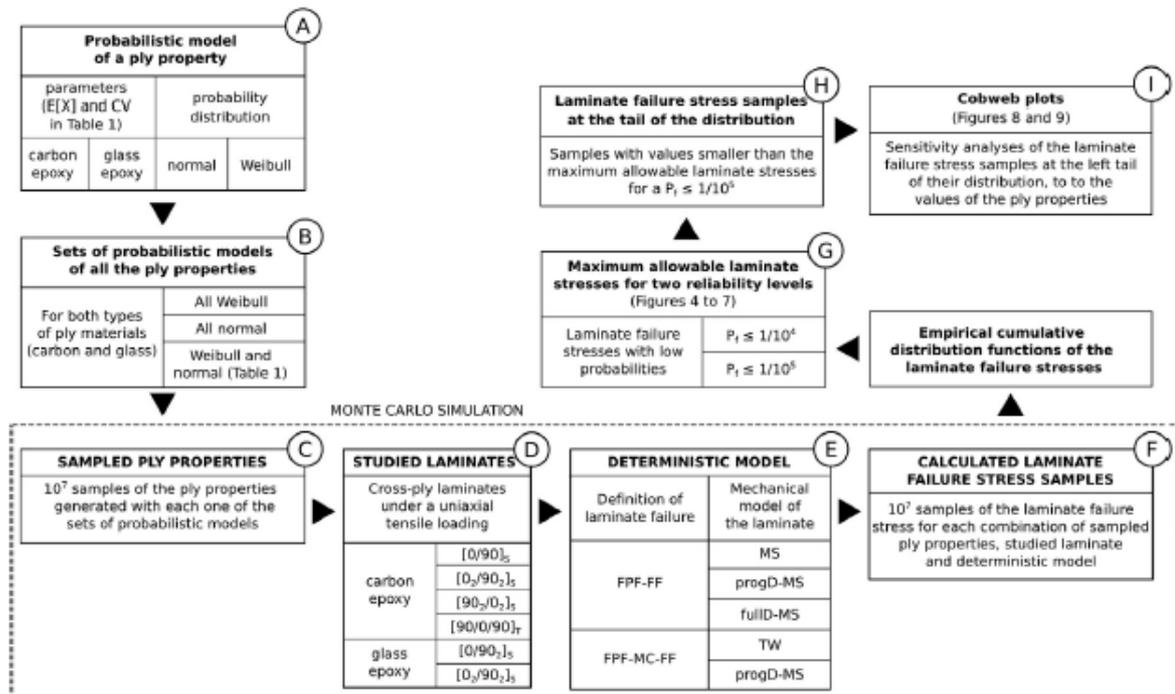


Figure 36 : Méthodologie pour une analyse de sensibilité [69]

IV.2 Variables aléatoires défauts

IV.2.1 Variables aléatoires plissements

Il n'existe pas de littérature sur le sujet de la variabilité des défauts de plissement dans les composites. Du fait que ces défauts soient définis par plusieurs paramètres comme la longueur du plissement λ , l'amplitude δ et l'angle de désalignement θ_{max} , comme le montre la figure 3, on peut penser que ces paramètres ont une certaine variabilité. On peut aussi penser que le nombre de plissements, le nombre de plis en plissement, et leur répartition sur la pièce varient aussi.

IV.2.2 Variables aléatoires porosité

Les défauts du type porosité montrent aussi une certaine variabilité notamment sur certains paramètres comme leur géométrie, leur dimension ou leur répartition spatiale au sein de la plaque composite. L'étude de Drach et al. [70] détermine les différentes géométries des pores et leur distribution pour un composite stratifié carbone/carbone. On peut observer, sur la figure 37, les différentes géométries de pores présentes dans le composite. La figure 38 montre la distribution empirique en fonction de leur volume.

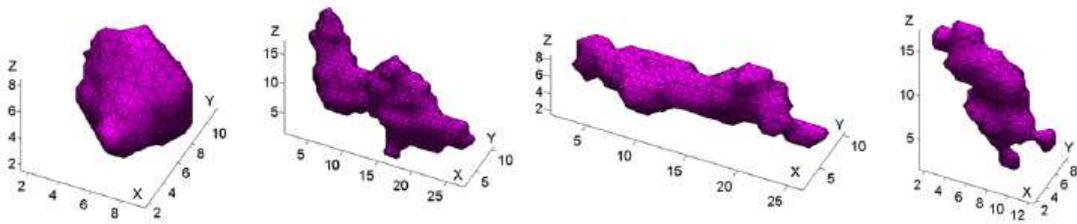


Figure 37 : Exemples de géométrie de porosités rencontrées dans un composite carbone/carbone [70]

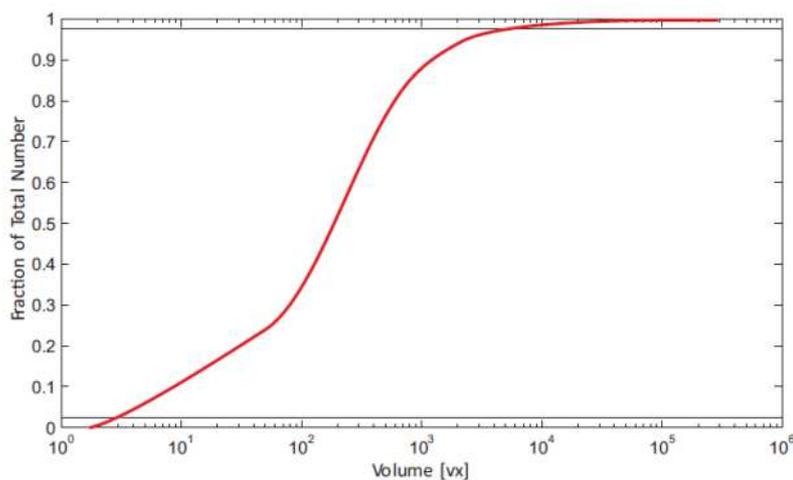


Figure 38 : Distribution empirique du volume des porosités [70]

Une variabilité assez importante est donc observée sur la géométrie des pores et leurs dimensions mais aussi sur leur répartition dans le composite comme dans l'étude de Nikishkov et al. [71] portant sur la porosité au sein d'un stratifié carbone/epoxy.

La figure 39 montre la répartition de la porosité dans la section transversale. Une autre étude de Arroyo et al. [72] porte sur l'étude des porosités par tomographie dans un stratifié carbone, avec en figure 40, la répartition des pores au sein de la pièce totale.

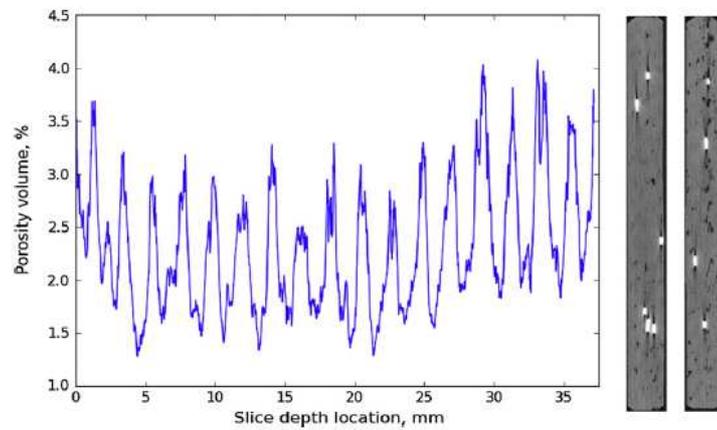


Figure 39 : Distribution des porosités, en volume, dans la section transversal d'un composite carbone/epoxy [71]

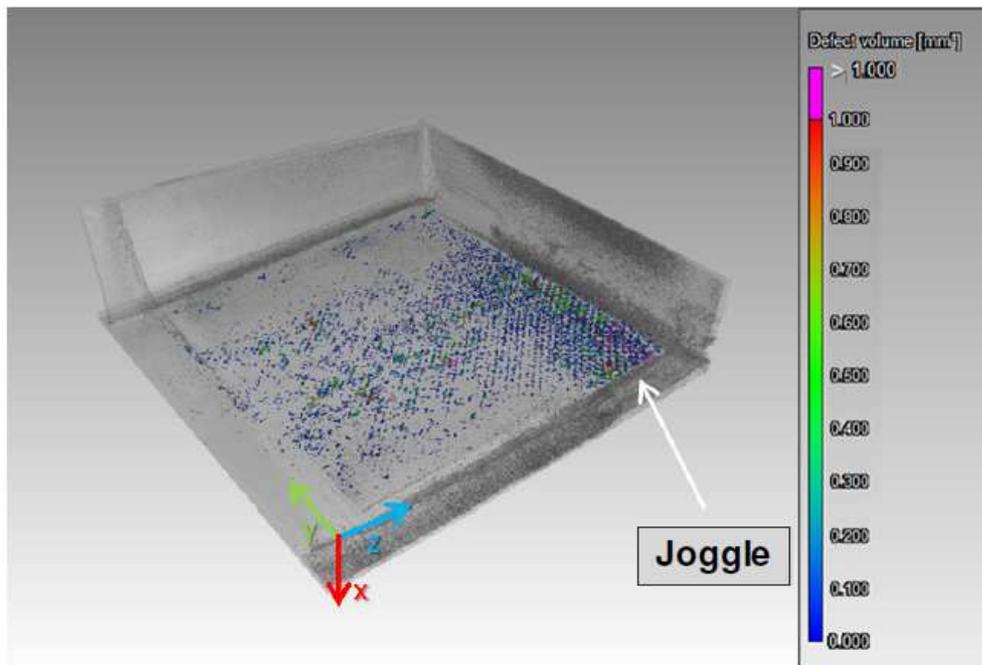


Figure 40 : Répartition des porosités au sein de la structure en stratifié carbone [72]

IV.2.3 Variables aléatoires chargement

Dans le cas du projet SIMSCEF qui étudie le comportement d'une pale d'éolienne et de structures aéronautiques, le chargement de celle-ci est constitué par la force imposée par le vent. La littérature propose quelques publications sur la variabilité des vents et leur répartition sur l'année comme l'étude de Jang et al. [73]. La figure 41 montre la distribution des vents en fonction de la vitesse. De plus, la vitesse et la fréquence du vent dépend grandement de la position géographique.

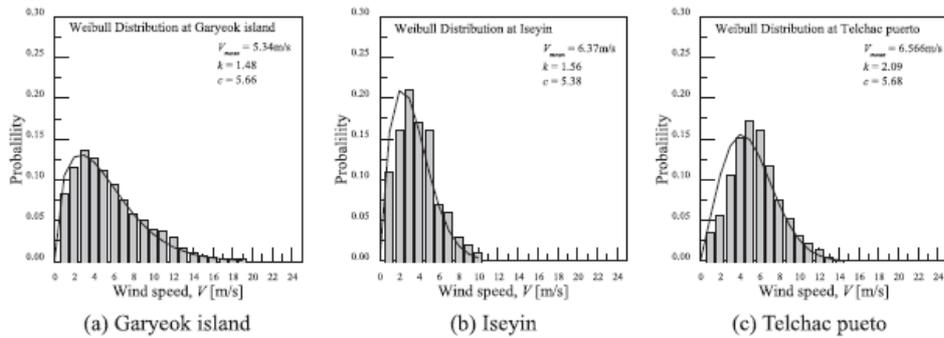


Figure 41 : Distribution de la vitesse du vent sur une année [73]

IV.3 Lois de probabilité

Les lois de probabilité définissent la variabilité d'un paramètre sur un intervalle donné. Il existe plusieurs types de lois de probabilité qui sont définis par des paramètres spécifiques.

IV.3.1 Lois de probabilité définissant les propriétés mécaniques d'un composite

Plusieurs études sur la variabilité des propriétés mécaniques sont disponibles dans la littérature. Elles traitent de l'étude numérique et expérimentale de la variation des propriétés mécaniques en fonction des différentes variables aléatoires du matériau.

Sriramula et Chryssanthopoulos ont effectué une synthèse des travaux existants sur ce sujet [67]. On y retrouve des études sur des stratifiés/tissés en carbone/epoxy, verre/epoxy, mais aussi verre/polyester, verre/vinylester, etc. La plupart des modèles probabilistes utilisés pour décrire la variabilité des matériaux pour les caractéristiques E_{11} , E_{22} , G_{12} et ν_{12} sont :

- Loi normale
- Loi log-normale
- Loi Gamma
- Loi de Weibull
- Loi des valeurs extrêmes
- Loi uniforme : elle peut être utilisée dans le cas où une variabilité doit être introduite sans connaître la loi représentant la physique à utiliser.

Sriramula et Chryssanthopoulos ont aussi effectué une étude expérimentale statistique sur un composite fibre de verre GFRP afin de caractériser la variation de propriétés mécaniques [66]. Il en ressort que la loi de probabilité normal et log-normal sont les modèles qui répondent le mieux aux tests d'hypothèse de Kolmogorov-Smirnov (K-S) et de Anderson-Darling (A-D).

Phillipidis et al [74] ont étudié la distribution des propriétés pour un composite carbone/epoxy. Lors de leur étude ils ont comparé les différentes lois de probabilité par rapport à leurs résultats expérimentaux.

Il ressort de cette comparaison que la loi lognormal a les meilleurs résultats au test de K-S, et que toutes les lois de distribution testées avaient des résultats acceptables.

Pour confirmer ces résultats, l'étude statique en traction se fera sur un grand nombre d'éprouvettes équipées de jauges bidirectionnelles afin d'avoir une mesure précise des déformations longitudinale et transversale. Les valeurs des modules d'Young et du coefficient de Poisson des différentes éprouvettes seront analysées afin d'établir leur distribution statistique expérimentale.

IV.3.2 Lois de probabilité définissant les défauts de mise en forme

IV.3.2.1.1 Lois de probabilité pour les plissements

Il n'existe pas d'étude dans la littérature sur les lois de probabilité des défauts de plissements et sur ces différents paramètres tels que l'amplitude δ , sa période λ et son angle maximum de désalignement θ_{max} , mais aussi sur le nombre de plis affectés ou le nombre de plissements par pli.

Lors de l'étude par analyse d'image un grand nombre d'éprouvette sera analysé afin de pouvoir définir la distribution statistique des paramètres de ce défaut.

IV.3.2.1.2 Lois de probabilité pour la porosité

Contrairement aux défauts de plissement, des études statistiques existent sur la porosité et sur ses paramètres tels que le diamètre équivalent ou la répartition spatiale. L'étude de Léonard et al [75] sur des stratifiés carbone/epoxy s'intéresse à la distribution des diamètres équivalents des pores pour deux types de résine : avec une haute et une basse viscosité. La figure 42 illustre les distributions statistiques des diamètres équivalents des pores obtenues sur 3 plaques différentes de deux types de stratifiés.

Le test K-S conclut que la distribution statistique est du même type pour les 3 échantillons des deux résines. La distribution des diamètres équivalents serait proche d'une loi exponentielle.

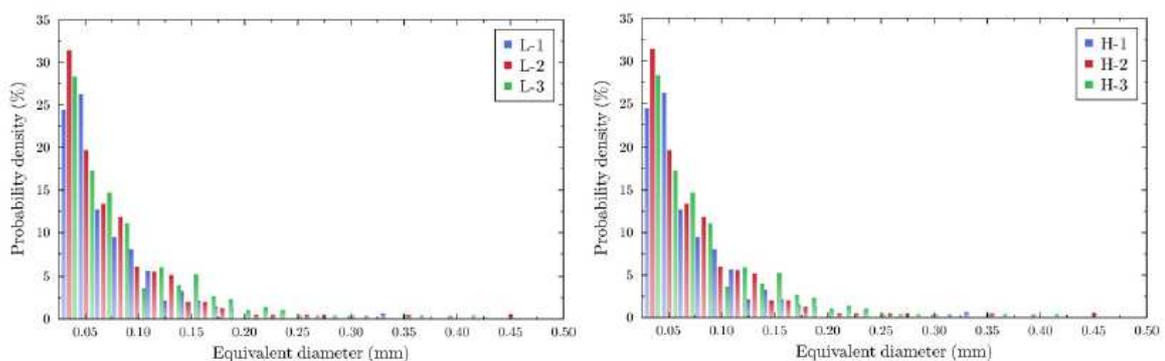


Figure 42 : Distribution statistique des diamètres équivalents pour la résine à basse viscosité à gauche, et haute viscosité à droite [75]

L'étude des défauts de plissements et de la porosité par analyses d'images, dans le cadre du projet SIMSCEF, comprend une étude statistique de ces défauts afin d'identifier leur variabilité ainsi que la loi de probabilité qui caractérise au mieux chacun des paramètres étudiés.

IV.3.3 Tests statistiques

Afin de valider l'utilisation d'une loi de distribution pour modéliser une variable, il faut savoir si cette loi décrit bien la variabilité des données et mieux que d'autres lois. Pour cela, il existe des tests statistiques qui permettent de quantifier la qualité du modèle et de le comparer à d'autres modèles.

Les tests statistiques se divisent en 2 classes spécifiques comme l'explique G. Saporta dans son ouvrage [76] :

- Les tests paramétriques qui ont pour objet de tester certaine hypothèse relative à un ou plusieurs paramètres d'une variable aléatoire de loi spécifiée. Ils se basent donc sur des distributions statistiques supposées dans les données et doivent donc remplir certaines conditions de validité pour que le résultat soit fiable.
- Les tests non-paramétriques qui ont aussi pour objet de tester certaine hypothèse mais qui ne se basent pas sur des distributions statistiques. Ils sont considérés comme plus robustes que les tests paramétriques

Il existe plusieurs types de test statistiques qui ont des objectifs différents. Le premier type de test permet de déterminer la variabilité induite par un paramètre sur les données. Le deuxième type de test a pour but de juger la qualité de l'ajustement de la loi en donnant la part des données expliquées par le modèle, ce sont des indicateurs. Le troisième type de test a comme objectif de valider, ou non, le modèle appliqué aux données, ce sont les tests d'adéquation ou d'ajustement. Le choix des tests se fait selon plusieurs critères comme le nombre de données observées, le nombre de paramètres aléatoires pris en compte ou le type de loi utilisé pour décrire les données. Ces tests fonctionnent généralement en confrontant deux hypothèses :

- L'hypothèse H_0 , dite hypothèse nulle, qui répond à la question posée, à savoir la loi utilisée décrit bien les données par exemple ;
- L'hypothèse H_1 qui est l'hypothèse alternative, généralement le contraire de H_0 .

Le test va trancher entre les deux hypothèses au vu des résultats avec une probabilité d'erreur α choisie qu'on appelle niveau de risque. Cette valeur α correspond à la probabilité de choisir H_1 alors que H_0 est vraie, et on choisit généralement 0.05 ou 0.01.

La littérature statistique sur les tests est très abondante et un grand nombre de test existe dont voici une liste sommaire des principaux tests proposés par les logiciels statistiques :

- Tests paramétriques :
 - Un échantillon :
 - Comparaison de la moyenne de l'échantillon à une valeur théorique lorsque la variance est supposée connue (Gauss)
 - Comparaison de la moyenne de l'échantillon à une valeur théorique lorsque la variance est inconnue et estimée (Student)
 - Comparaison d'une proportion à une valeur théorique
 - Deux échantillons indépendants :
 - Comparaison de deux moyennes
 - Comparaison de deux variances (Fisher)
 - Comparaison de deux proportions
 - Plusieurs échantillons :
 - ANOVA à un facteur
- Tests non-paramétriques :
 - Deux échantillons indépendants :
 - Comparaison de deux médianes (Mann-Whitney)
 - Deux échantillons appariés :
 - Test de Wilcoxon
 - Plusieurs échantillons :
 - Kruskal-Wallis
- Tests d'adéquation :
 - Comparaison de deux distributions (chi-deux)
 - Normalité d'une distribution (Kolmogorov, Shapiro Wilks)

Conclusions et perspectives

L'étude bibliographique des deux défauts de mise en forme que sont les porosités et les plissements ainsi que l'étude bibliographique de l'endommagement en fatigue et sa modélisation, ont permis d'identifier les lignes directrices de l'étude expérimentale et numérique dans le cadre du projet SIMSCEF.

Les défauts de porosités et de plissements dans les composites stratifiés, qui sont induits par le procédé de mise en forme, ont une influence certaine sur les propriétés mécaniques du matériau, que ce soit en statique ou en fatigue.

Il est donc nécessaire dans un premier temps de caractériser expérimentalement cette influence en testant le matériau sous sollicitation à définir, en statique et en fatigue. Cette caractérisation se fera par analyses ultrasonores et analyses d'images sous MEB.

Ces défauts peuvent être à l'origine d'endommagement qui, en se développant sous l'effet de la fatigue, amènent la pièce jusqu'à la rupture qui sera précoce du fait du défaut.

La modélisation de l'endommagement peut être décrite par plusieurs modèles : l'approche par critère de fatigue qui va se baser sur un critère de rupture, l'approche phénoménologique avec la prise en compte de la résistance et de la rigidité résiduelle, et l'approche par accumulation de défauts. Chaque modèle a ses avantages et ses inconvénients, et il convient de définir l'approche à envisager pour modéliser l'endommagement en fatigue.

Il faut alors déterminer la façon de modéliser les défauts de porosité et de plissement afin de retrouver une modélisation validée par les essais expérimentaux.

Les essais expérimentaux vont faire l'objet d'une approche probabiliste qui reste à déterminer afin de pouvoir monter le plan d'essai.

Bibliographie

- [1] N. Terrien, «Les moyens de C.N.D associés aux structures composites,» 2010.
- [2] P. Boisse, «Mise en forme des renforts fibreux de composites,» *Techniques de l'Ingénieur*, vol. AM3734, pp. 1-10, 2004.
- [3] E. Gazo-Hanna, P. Casari, A. Perronnet, S. Le Loch et A. Poitou, «Caractérisation du procédé d'estampage de composites thermoplastiques à fibres longues,» *JNC 16, AMAC 8*, 2009.
- [4] D. O. Adams et S. J. Bell, «Compression strength reductions in composite laminates due to multiple-layer waviness,» *Composite Science and Technology*, vol. 53, pp. 207-212, 1995.
- [5] N. Pearce, F. Guildb et J. Summerscalesa, «A study of the effects of convergent flow fronts on the properties of fibre reinforced composites produced by RTM,» *Composite : Part A*, vol. 29 (A), pp. 141-152, 1998.
- [6] J. Payan, «Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue,» 2004.
- [7] D. O. Adams et M. W. Hyer, «Effects of layer waviness on the compression strength of thermoplastic composite laminates,» *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 12, p. 414, 1993.
- [8] P. Hallander, M. Akermo, C. Mattei, M. Petersson et T. Nyman, «An experimental study of mechanisms behind wrinkle development during forming of composite laminates,» *Composites : Part A*, vol. 50, pp. 54-64, 2013.
- [9] K. Ishikawa, *What is total quality control? The Japanese way*, Prentice-Hall, 1985.
- [10] T. J. Dodwell, R. Butler et G. W. Hunt, «Out-of-plane ply wrinkling defects during consolidation over an external radius,» 2014.
- [11] J. S. Lightfoot, M. R. Wisnom et K. Potter, «A new mechanism for the formation of ply wrinkles due to shear between plies,» *Composite : Part A*, vol. 49, pp. 139-147, 2013.
- [12] B. W. Rosen, «Mechanics of composite strengthening in fiber composite materials,» chez *American Society of Metals Seminar*, Ohio, 1965.

- [13] A. Beakou, C. Cano, J. B. Le Cama et V. Verney, «Modelling slit tape buckling during automated prepreg manufacturing : A local approach,» *Composite Structures*, vol. 93, pp. 2628-2635, 2011
- [14] D. Kugler et T. J. Moon, «Identification of the most significant processing parameter on the development of wavy fiber composites,» *Journal of Composite Materials*, vol. 36 (12), pp. 1451-1479, 2001.
- [15] L. D. Bloom, J. Wang et K. D. Potter, «Damage progression and defect sensitivity : An experimental study of representative wrinkles in tension,» *Composites Part B*, vol. 45, pp. 449-458, 2012.
- [16] C. Garnier, M. L. Pastor, F. Eyma et B. Lorrain, «The detection of aeronautical defects in situ on composite structures using Non Destructive Testing,» *Composite Structures*, vol. 93, pp. 1328-1336, 2011.
- [17] E. Péronnet, F. Eyma, M. L. Pastor et H. Weleman, «Caractérisation et comparaison des limites de détection de techniques de contrôle non destructif : méthodes ultrasonores et méthodes optiques,» *Contrôles-Essais-Mesures*, vol. 37, n° 1, ISSN 1637-4657, pp. 63-68, 2011.
- [18] V. M. Karbhari, «Non-Destructive evaluation (NDE) of polymer matrix composites,» *Composite Science and Engineering*, vol. 43, 2013.
- [19] G. Framezelle, F. Lepiller, J. Hatsch et S. Remond, «Contrôle non-destructif de structures composites pour l'aéronautique,» chez *Cofrend 2011, National NDT Seminar and Exhibition*, 2011.
- [20] J. P. Dumoulin, M. Kostoglou, T. D. Karapantsios et V. Bontozoglou, «Selfsimilar growth of a gas bubble induced by localized heating : the effect of temperature dependent transport properties,» *Chemical Engineering Science*, vol. 60, pp. 1673-1683, 2005.
- [21] R. Y. Chiao, «System and method for detecting ply wrinkling in a laminated composite». U.S. Patent documents Brevet 5 554 808, 1996.
- [22] A. Fernandez-Lopez, B. Larranaga-Valsero et A. Guemes, «Wrinkle detection with ultrasonic phased array technology,» chez *6th International Symposium on NDT in Aerospace*, 2014.

- [23] R. H. Bossi, K. K. Coopriider et G. E. Georgeson, «X-ray computed tomography of composites,» DTIC document AD A227 227, 1989.
- [24] A. Makeev et Y. Nikishkov, «Fatigue life assessment for composite structure,» chez *26th ICAF Symposium*, 2011.
- [25] Y. Ledru, «Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques,» 2009.
- [26] H. Schoeller, «Hydrogéologie,» *Technip*, vol. 2, p. 443, 1955.
- [27] L. Liu, B. Zhang, D. Wang et Z. Wu, «Effects of cure cycles and void content and mechanical properties of composites laminates,» *Composite Structure*, vol. 73, pp. 303-309, 2006.
- [28] N. Judd et W. Wright, «Voids and their effects on the mechanical properties of composite - an appraisal,» *Sample Journal*, vol. 14 (1), pp. 4-10, 1978.
- [29] F. Trochu, E. Ruiz, V. Achim et S. Soukane, «Advanced numerical simulation of liquid composite molding for process analysis and optimization,» *Composites : Part A*, vol. 37, pp. 890-902, 2006.
- [30] C. Binétruy, «Physique du moulage des composites avancés : aspects théoriques,» *Techniques de l'ingénieur*, vol. AM3718, pp. 1-16, 2004.
- [31] T. S. Lundstrom, «Bubble transport through constricted capillary tubes with application to resin transfer molding,» *Polymer Composites*, vol. 17 (6), pp. 770-779, 1996.
- [32] J. Bréard, A. Saouab et G. Bouquet, «Numerical simulation of void formation in LCM,» *Composites : Part A*, vol. 34, pp. 517-523, 2003.
- [33] S. Ranganathan, S. G. Advani et M. A. Lamontia, «A nonisothermal process model for consolidation and void reduction during in situ tow placement of thermoplastic composites,» *Journal of Composite Materials*, vol. 29 (8), pp. 1040-1062, 1995.
- [34] R. Pitchoumani, S. Ranganathan, R. C. Don, J. W. Gillespie et M. A. Lamontia, «Analysis of transport phenomena governing interfacial bonding and void dynamics during thermoplastic tow placement,» *International Journal of Heat Mass Transfer*, vol. 39 (9), pp. 1883-1897, 1996.
- [35] N. Divinis, M. Kostoglou, T. D. Karapantsios et V. Bontozoglou, «Selfsimilar growth of a gas bubble induced by localized heating : the effect of temperature dependent

- transport properties,» *Chemical Engineering Science*, vol. 60, pp. 1673-1683, 2005.
- [36] P. Payvar, «Mass transfer controlled bubble growth during rapid decompression of a liquid,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 30 (4), pp. 699-706.
- [37] F. Y. C. Boey et S. W. Lye, «Void reduction in autoclave processing of thermoset composites,» *Composites*, vol. 23 (4), pp. 261-265, 1992.
- [38] J. M. Tang, W. I. Lee et G. S. Springer, «Effects of cure pressure on resin flow, voids and mechanical properties,» *Journal of Composite Materials*, vol. 21, pp. 421-440, 1987.
- [39] J. R. Wood et M. G. Bader, «Void control for polymer-matrix composites (1) : theoretical and experimental methods for determining the growth and collapse of gas bubbles,» *Composites Manufacturing*, vol. 5 (3), pp. 139-147, 1994.
- [40] M. J. Yokota, «Process controlled curing of resin matrix composites,» *Sample Journal*, pp. 11-17, 1978.
- [41] H. Yoshida, T. Ogasa et R. Hayashi, «Statistical approach to the relationship between ILSS and void content of CFRP,» *Composites Science and Technology*, vol. 25, pp. 3-18, 1986.
- [42] K. J. Bowles et S. Frimpong, «Voids effects on the interlaminar shear strength of unidirectionnal graphite-fibre reinforced composites,» *Journal of Composites Materials*, vol. 26, pp. 1487-1509, 1992.
- [43] M. L. Costa, S. F. Müller de Almeida et M. C. Rezende, «The influence of porosity on the ILSS of carbon/epoxy and carbon/bismaleimide fabric laminates,» *Composites Science and Technology*, vol. 61, pp. 2101-2108, 2001.
- [44] M. R. Wisnom, T. Reynolds et N. Gwilliam, «Reduction in ILSS by discrete and distributed voids,» *Composites Science and technology*, vol. 56, pp. 93-101, 1996.
- [45] S. F. Müller de Almeida et Z. dos S Nogueira Neto, «Effect of Void content on the strength of composite laminates,» *Composite Structures*, vol. 28, pp. 139-148, 1994.
- [46] B. D. Harper, G. H. Staab et R. S. Chen, «A note on the effects of voids upon the hygral and mechanical properties of AS4/3502 Graphite/Epoxy,» *Journal of Composite Materials*, vol. 21, pp. 280-289, 1987.
- [47] A. Aliotti, «Caractérisation microstructurale des céramiques par analyse d'images,» *Spectra Analyse*, vol. 188, pp. 34-37, 1996.

- [48] C. Redon, L. Chermant, J. L. Quenec'h et J. L. Chermant, «Caractérisation par analyse d'images de la morphologie de bêtins renforcés par des fibres de fonte amorphe,» *Annales du bâtiment et des travaux publics*, pp. 37-53, 1997.
- [49] J. C. Russ et R. T. Dehoff, «Practical stereology,» *2nd edition Plenum Press*, n° %1ISBN 0-306-46476-4, 1986.
- [50] K. L. Scrivener, «Méthodes microscopiques dans la science du ciment et du béton,» *World Cement*, pp. 121-126, 1997.
- [51] M. Hoffmann et D. J. Diaz, «Characterization of fiber materials using metallographic and image analysis techniques,» *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol. 17 (4), pp. 68-75, 1996.
- [52] H. Shen, S. M. Oppenheimer, D. C. Dunand et L. C. Brinson, «Numerical modelling of pore size and distribution on foamed titanium,» *Mechanics of Materials*, vol. 38, pp. 933-944, 2006.
- [53] J. S. U. Schell, M. Renggli, G. H. Van Lenthe, R. Müller et P. Ermanni, «Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer mesostructure,» *Composites Science and Technology*, vol. 66, pp. 2016-2022, 2006.
- [54] G. Saint-Martin, «Etude typologique des défauts structuraux générés au cours de la mise en forme par injection de composites à matrice thermostable renforcés par des fibres de verre courtes,» 2003.
- [55] Y. Thollon et C. Hochard, «Endommagement de composites stratifiés verre/époxy sous chargements statique et de fatigue,» chez *18ème Congrès Français de Mécanique*, 2007.
- [56] J. Renard, «Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues,» *Technique de l'ingénieur am 5410*, 2010.
- [57] K. L. Reifsnider et R. Jamison, «Fracture of fatigue-loaded composite laminates,» *International Journal of Fatigue*, vol. 4 (4), pp. 187-197, 1982.
- [58] S. J. Wang, «Etude de l'endommagement d'un composite unidirectionnel fibres de verr/époxyde,» 1990.
- [59] M. Naderi et A. R. Maligno, «Finite element simulation of fatigue life prediction in carbon/epoxy laminates,» *Journal of Composite Materials*, vol. 47 (4), pp. 475-484, 2014.

- [60] M. M. Shokrieh et L. B. Lessard, «Progressive fatigue damage modeling of composites materials. Part II : materials characterization and model verification,» *Journal of Composite Materials*, vol. 34, pp. 1081-1116, 2001.
- [61] M. J. Hinton, A. S. Kaddour et P. D. Soden, «Failure Criteria in Fibre Reinforced Polymer Composites : The world-wide failure exercise,» *Composite Science and Technology*, 2004.
- [62] A. Puck et H. Schürmann, «Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models,» *Composite Sciences and Technologies*, vol. 58, pp. 1045-1067, 1998.
- [63] Y. Davila, L. Crouzeix, B. Douchin, F. Collombet et Y.-H. Grunevald, «Etude des sources de variabilités d'une structure composite CFRP réalisée en autoclave,» chez *JNC 18 - ÉCOLE CENTRALE NANTES*, 2013.
- [64] U. Ramamurty et T. Seshacharyulu, «Effect of spatial inhomogeneity in fiber packing on the strength variability of Al-matrix composites,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 268, pp. 97-103, 1999.
- [65] R. Chermaneau, «Représentation de la variabilité des propriétés mécaniques d'un CMO à l'échelle microscopique. Méthodes de construction des distributions statistiques,» *Thèse Université de Bordeaux*, 2012.
- [66] S. Sriramula et M. K. Chryssanthopoulos, «An experimental characterisation of spatial variability in GFRP composite panels,» *Structural Safety*, vol. 42, pp. 1-11, 2013.
- [67] S. Sriramula et M. K. Chryssanthopoulos, «Quantification of uncertainty modelling in stochastic analysis of FRP composites,» *Composites: Part A*, vol. 40, pp. 1673-1684, 2009.
- [68] S. Liang, «Etude de comportement en fatigue des composites en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés,» *Thèse Université de Bourgogne*, 2012.
- [69] L. F. Sanchez-Heres, J. W. Ringsberg et E. Johnson, «Influence of mechanical and probabilistic models on the reliability estimates of fibre-reinforced cross-ply laminates,» *Structural Safety*, vol. 51, pp. 35-46, 2014.
- [70] B. Drach, A. Drach et I. Tsukrov, «Characterization and statistical modeling of

- irregular porosity in carbon/carbon composites based on X-ray microtomography data,» *Journal of Applied mathematics and Mechanics*, vol. 93, n° 15, pp. 346-366, 2013.
- [71] Y. Nikishkov, L. Airoldi et A. Makeev, «Measurement of voids in composites by X-ray Computed Tomography,» *Composites Science and Technology*, vol. 89, pp. 89-97, 2013.
- [72] P. Arroyo, E. Garcia, P. Ruiz et F. Lasagni, «Porosity characterization of CFRP parts by ultrasonic and X-ray,» chez *6th International Symposium on NDT in Aerospace*, Madrid, 2014.
- [73] Y. J. Jang, C. W. Choi, J. H. Lee et K. W. Kang, «Development of fatigue life prediction method and effect of 10-minute mean wind speed distribution on fatigue life of small wind turbine composite blade,» *Renewable Energy*, vol. 79, pp. 187-198, 2015.
- [74] T. P. Philippidis, D. J. Lekou et D. G. Aggelis, «Mechanical property distribution of CFRP filament wound composites,» *Composite Structures*, vol. 45, pp. 41-50, 1999.
- [75] F. Léonard, J. Stein, A. Wilkinson et P. J. Withers, «3D Characterisation of void distribution in resin film infused,» chez *conference on Industrial Computed Tomography (ICT)*, Wels, Austria, 2012.
- [76] G. Saporta, «Probabilités, Analyse des données et Statistique,» Editions Technip, 2006.

Table des figures

Figure 1: Micrographies obtenues pour l'échantillon A, mise en évidence des plissements (échantillon A3 à gauche et A12 à droite) et des pores (échantillon A7 au centre) [3]	16
Figure 2 : Schéma des 3 types de plissement, a) le plissement hors plan dit « wrinkle », b) le plissement hors plan dit « waviness » et c) le plissement dans le plan dit « in-plane waviness » [8].....	16
Figure 3 : Définition des paramètres géométriques d'un défaut de plissement [4].....	17
Figure 4 : Paramètres procédés influents sur la formation de plissement.....	17
Figure 5 : Résistance en compression en fonction de la fraction de plissement dans le pli [7].....	18
Figure 6: Courbe de chargement en fonction du temps pour un échantillon [15].....	18
Figure 7 : Caractérisation par ondes ultrasoniques de différentes intensités de plissement [22].....	19
Figure 8 : Observation d'un échantillon avec un plissement à l'aide d'un MO [11].....	20
Figure 9 : Défauts de plissement caractérisés par tomographie [24].....	20
Figure 10 : Pores(en noir) et nomenclatures relatives à la taille des pores [25] [26].....	22
Figure 11 : Formation des macro et micro-pores en fonction de la vitesse de déplacement de la résine lors de l'imprégnation d'un renfort [29] : a) force de capillarité prédominante, b) force de viscosité prédominante	23
Figure 12 : Paramètres procédés influents sur la formation de la porosité	24
Figure 13 : Variation relative de l'ILSS en fonction du taux volumique de porosité pour des matériaux composites carbone/époxy [25].....	25
Figure 14 : Identification et quantification des différentes phases composant un stratifié carbone/époxy avec (a) bleu = fibres de carbone, (b) rouge = matrice époxy et (c) vert = porosités [25].....	27
Figure 15 : Représentation 3D de la micro-tomographie d'un composite stratifié fibre de verre/époxy, avec à gauche le réseau de fibre et à droite les porosités. [53]	28
Figure 16 : Principe de mesure par ultrasons pour un stratifié [27].....	29
Figure 17 : (a) décohésion fibre/matrice, (b) délaminage et (c) rupture de fibres [6].....	30
Figure 18 : Endommagement dans un pli orienté à 90° lors d'un essai de traction charge/décharge pour un stratifié verre/époxy [55].....	30
Figure 19 : Traction cyclique ondulée, procédure d'analyse [56].....	31
Figure 20 : Diagramme d'évolution S-N de la résistance résiduelle, de la variation des endommagements et de la vie de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles pour un stratifié graphite/époxy [57].....	32

Figure 21 : Courbes S-N pour un composite stratifié UD verre/époxy en fatigue sous traction ondulée [58].....	32
Figure 22 : Courbe S-N pour un composite stratifié verre/époxy UD en fatigue par flexion ondulée [58]	33
Figure 23 : Schéma et dimensions du stratifié étudié [59]	35
Figure 24 : Propriétés normalisées du stratifié carbone/époxy AS4/3501-6 en fonction du nombre normalisé de cycles sous traction en fatigue [59].....	36
Figure 25 : Maillage de l'éprouvette (a) et répartition aléatoire gaussienne dans l'éprouvette (b) [59].....	37
Figure 26 : Déroulement de la simulation de l'endommagement en fatigue [59].....	38
Figure 27 : Différentes épaisseurs de plaque [63]	41
Figure 28 : micrographie de la section transversale de l'échantillon B2 [63].....	41
Figure 29 : Variation dans l'épaisseur de la plaque : a) comparaison entre les coefficients de variation de l'épaisseur des plis et de la plaque, et b) reconstruction de l'épaisseur de plis de l'échantillon A [63]	41
Figure 30 : Variation d'orientation des plis d'un stratifié carbone/epoxy [63].....	42
Figure 31 : Variation de la fraction volumique de fibres sur une éprouvette et sur un ensemble d'éprouvettes [64].....	42
Figure 32 : Micrographie d'un échantillon et histogramme de classes des diamètres d et D [65].....	42
Figure 33 : Variations spatiales des propriétés mécaniques pour une plaque de composite [66].....	43
Figure 34 : Comparaison des covariances des propriétés en traction, compression et cisaillement pour un lin/epoxy et un verre/epoxy [68].....	43
Figure 35 : Schéma des différentes sources de variabilité au sein d'un composite [65]....	44
Figure 36 : Méthodologie pour une analyse de sensibilité [69]	44
Figure 37 : Exemples de géométrie de porosités rencontrées dans un composite carbone/carbone [70].....	45
Figure 38 : Distribution empirique du volume des porosités [70]	45
Figure 39 : Distribution des porosités, en volume, dans la section transversal d'un composite carbone/epoxy [71].....	46
Figure 40 : Répartition des porosités au sein de la structure en stratifié carbone [72]	46
Figure 41 : Distribution de la vitesse du vent sur une année [73]	47
Figure 42 : Distribution statistique des diamètres équivalents pour la résine à basse viscosité à gauche, et haute viscosité à droite [75]	48



Chapitre 2 : Caractérisation des défauts

Introduction

Ce chapitre a pour but, de définir le protocole de caractérisation des deux défauts étudiés dans le projet SIMSCEF : la porosité et les plissements, et de présenter les différents résultats de cette étude. Dans un premier temps, le protocole d'analyse d'images par microscopie optique sera mis en place afin de pouvoir étudier les deux défauts. Dans un second temps, les résultats des essais de caractérisation de la porosité, sur des plaques avec des paramètres de mise en œuvre différents, seront présentés, et seront complétés par une analyse statistique. Enfin, ce rapport développera la caractérisation des différents plissements.

I. Caractérisation des défauts

La caractérisation des défauts de porosité et de plissement est faite par analyse d'images avec un microscope optique et un logiciel de traitement d'image.

I.1 Protocole d'essais d'analyse d'images

I.1.1 Découpe des échantillons

La découpe des échantillons dans la plaque doit se faire à différents endroits afin de pouvoir déterminer si le taux de porosité est homogène sur une plaque. La meilleure solution serait de pouvoir découper une plaque entière qui serait fabriquée avec les mêmes paramètres de mise en œuvre que la structure étudiée en une certaine quantité d'échantillons pour caractériser efficacement le taux de porosité surfacique. Plus le nombre d'échantillons sera important, plus la mesure sera précise.

Dans le cas de composites stratifiés, le sens de la découpe est primordial car il définit l'orientation de la surface étudiée et donc l'analyse qui sera possible d'obtenir sur la porosité, ou le plissement du composite. Pour l'étude de la porosité, les éprouvettes seront découpées dans le sens transversale par rapport aux fibres mais aussi dans le sens longitudinal afin d'étudier la géométrie 3D des pores. Pour l'étude des plissements, la découpe se fera dans le sens des fibres afin de pouvoir observer leur désalignement et les dimensions du plissement.

L'outillage de découpe doit être assez précis et fin afin de ne pas induire trop d'arrachements de fibres ou de dégrader la matrice. Dans cette étude, les échantillons sont découpés avec une scie circulaire munie d'un disque diamanté.

1.1.2 Pré-polissage

Les échantillons sont pré-polis à la main avec une polisseuse à disque et un papier à grains en carbure de silicium de granulométrie 320 afin d'enlever les bavures pouvant résulter du découpage pour avoir une surface propre avant l'enrobage de l'échantillon. Si la découpe est assez fine, comme avec une découpe à jet d'eau, cette étape n'est pas forcément nécessaire.

1.1.3 Enrobage

Une fois les échantillons pré-polis, ils sont enrobés à froid dans des moules cylindriques avec une résine acrylique ou époxy. Un ou plusieurs échantillons sont enrobés par moule. Les enrobages sont laissés 24h sous une hotte afin de polymériser.

1.1.4 Polissage

Plusieurs protocoles de polissage sont possibles et dépendent du matériau étudié. Ces différents protocoles se composent des mêmes étapes. Une première étape consiste à utiliser une granulométrie importante afin d'enlever la résine d'enrobage présente en surface puis les étapes suivantes utilisent une granulométrie de plus en plus fine afin d'enlever les rayures des polissages précédents. Ces polissages se font avec une machine automatique à disque de la marque Struers.

Le protocole présenté ci-après résulte d'une séquence de polissage proposée par Struers puis modifiée spécifique à nos échantillons en verre/époxy :

- Polissage 320, 1min30, sens inverse disque/échantillon, Pression (P)=20 N, eau ;
- Polissage 1200, 2min30, sens inverse disque/échantillon, P=20 N, eau ;
- Polissage 4000, 2min30, sens inverse disque/échantillon, P=25N eau ;
- Polissage MD Dur, 3min30, sens inverse disque/échantillon, suspension AP-A grain 1 µm ;
- Polissage MD Chem, 1min30, sens inverse disque/échantillon, OP-U Non dry (grain 0,04 µm) ;
- Polissage MD Chem, 1min30, sens inverse disque/échantillon, lavage à l'eau distillée.

Chaque étape est suivie du rinçage de l'échantillon à l'eau pour les polissages 320 et 1200, et ensuite à l'eau distillée pour les polissages à 4000, 1µm et 0,04 µm.

La dernière étape de lavage de l'échantillon par eau distillée se fait dans la continuité de l'étape de polissage avec la suspension OP-U non dry car ce polissage est mécanique et chimique, et utilise une suspension qui sèche rapidement et peut former des tâches sur l'échantillon.

1.1.5 Analyse au microscope optique

Une fois l'échantillon préparé, il est analysé au microscope optique. Le microscope mis à disposition dans notre cas est un Zeiss Axio Imager.M2m et le logiciel d'acquisition d'images AxioVisio. Le but de cette étape est d'obtenir une image, la plus précise possible, de l'échantillon afin de calculer par la suite, le taux de porosité surfacique. Du fait que le calcul de ce paramètre se fera par comptage de pixels, il faut que l'image de l'échantillon en contienne le plus possible, mais cela augmente la taille du fichier à analyser et le temps d'acquisition.

Les réglages de la luminosité et du contraste sont affinés afin d'obtenir la meilleure vision possible des pores. Une fois les réglages effectués, l'acquisition de l'image se fait en niveaux de gris pour faciliter l'étape de seuillage lors de son traitement. On passe alors d'une image 24-bit en couleur sur 3 canaux à une image 8-bit sur un canal unique de niveaux de gris. Chaque pixel de l'image varie alors entre 0, représentatif du noir et 255, représentatif du blanc.

1.1.6 Analyse d'images à l'aide d'un logiciel d'édition d'images

1.1.6.1 Protocole pour la caractérisation de la porosité :

L'étude de l'image de l'échantillon se fait avec un logiciel d'édition d'image. Il existe différents logiciels mais ImageJ a été retenu car il est très performant et c'est un freeware.

Un seuillage est d'abord appliqué afin de sélectionner, et séparer du reste de l'image, les formes recherchées c'est-à-dire, les pores. Le but de cette étape est de sélectionner les pixels ayant une valeur entre 0 et une valeur de seuil supérieur choisie, qui vont correspondre aux pores qui ressortent noir sur l'image. Pour choisir la valeur de ce seuil, le protocole se base sur la norme AIRBUS AITM4-0003 [1] qui préconise de choisir entre 100 ± 20 , et la sélection de la valeur s'affine en utilisant l'histogramme représentatif de la distribution des pixels suivant leur valeur de niveau de gris. Une vérification visuelle de la valeur du seuil supérieur avec un fort grandissement est utile afin de vérifier quel type de pixels est pris en compte. Les pixels comptabilisés par le seuillage sont dits « événements ». Le logiciel permet ensuite de comptabiliser le nombre de pixels événements. Ce nombre, noté N_p , est défini sans unité, ou en μm^2 si les dimensions d'un pixel ont été définies avec le logiciel. Celui-ci calcule alors le taux de porosité surfacique A_p en faisant le rapport entre le nombre de pixels événements N_p et le nombre total de pixels de l'image N_i :

$$A_p = \frac{N_p}{N_i} \quad (9)$$

Avant de lancer le calcul, le logiciel propose un filtrage ce qui permet d'éliminer les pixels parasites dus aux arrachements de fibres, à l'éclairage ou à des bruits lors de l'acquisition.

Ce filtrage est basé sur des opérations de morphologie mathématique. Pour notre matériau, on peut faire un filtrage en tailles d'agrégats de pixels événements, ce qui revient à négliger les groupements de pixels inférieurs (ou supérieurs) à un certain nombre de pixels par exemple 40 pixels. Une fois le calcul lancé, le logiciel va détecter, numéroté et caractériser par différentes mesures de tailles et de formes, les porosités. Il est alors possible de sortir la distribution des agrégats de pixels, c'est-à-dire les pores, en fonction de leur taille.

L'ensemble de ces étapes peut être automatisé sous la forme d'une macro afin de passer moins de temps dans le paramétrage lorsqu'un grand nombre d'images est à analyser. Dans ce cas-là, la prise de chaque image doit être réalisée dans les mêmes conditions expérimentales, avec la même lumière, le même grandissement et la même résolution d'image.

1.1.6.2 Exemple de caractérisation d'un échantillon :

Dans un premier temps l'image est chargée à partir d'ImagesJ comme présenté sur la figure 43.

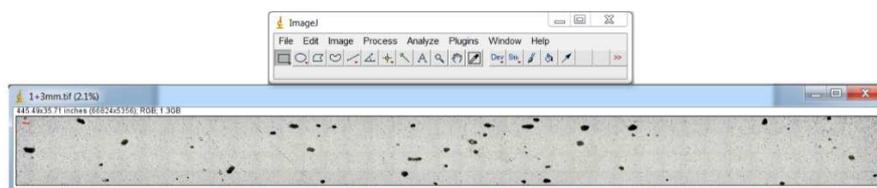


Figure 43 : Ouverture de l'image

L'échelle est définie en sélectionnant la barre d'échelle avec l'outil « Straight », comme sur la figure 44, puis avec l'outil « Analyze » → « Measure », on détermine la longueur en pixel de la barre d'échelle, et enfin on ajuste l'échelle avec l'outil « Analyze » → « Set scale ».

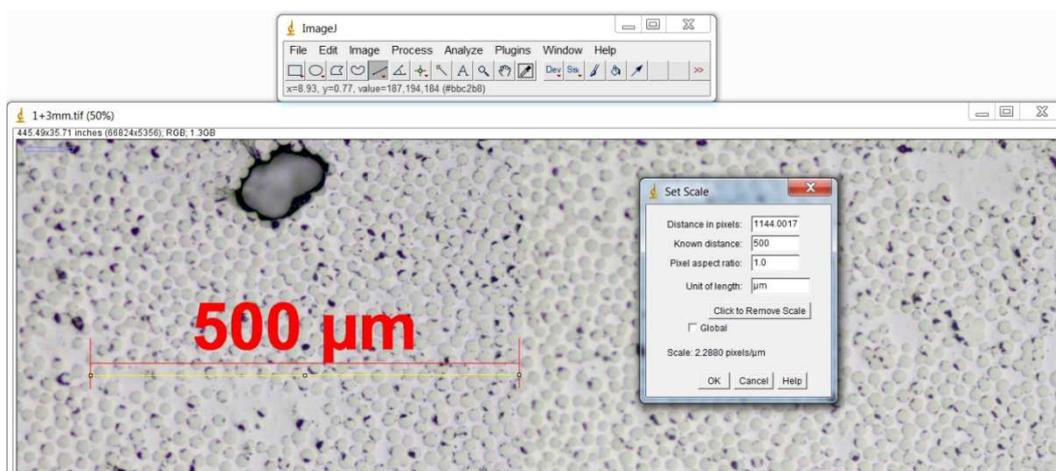


Figure 44 : Définition de l'échelle

Une fois l'échelle définie, l'étape de seuillage est effectuée avec l'outil « Image » → « Adjust » → « threshold ». La valeur de seuillage est à sélectionner sur le graphique « Brighness » entre 80 et 120 selon la qualité de l'image et la distribution des pixels visible sur le graphique comme sur la figure 45.

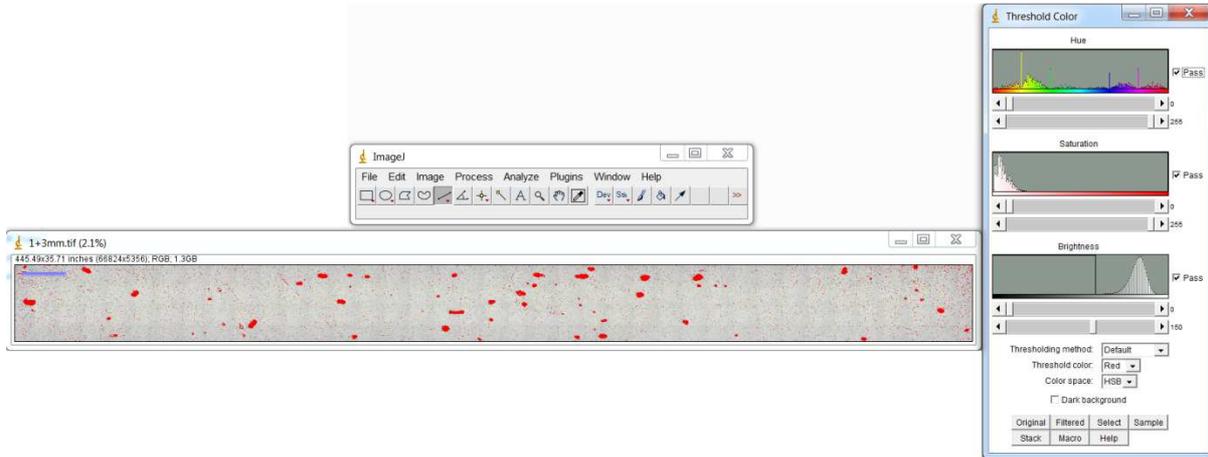


Figure 45 : Seuillage

La figure 46 montre le calcul du taux de porosité après le seuillage en utilisant l'outil « mesure » → « Analyse Particules ». Il est possible de sélectionner une taille minimum d'agrégat de pixel à prendre en compte pour par exemple ne pas prendre en compte les micro-pores ou les artefacts.

Les résultats s'affichent sur deux fenêtres qui sont illustrées sur la figure 47 :

- « Results » qui résume tous les pixels et groupes de pixels pris en compte,
- « Summarize » qui donne le taux de porosité « %Area ».

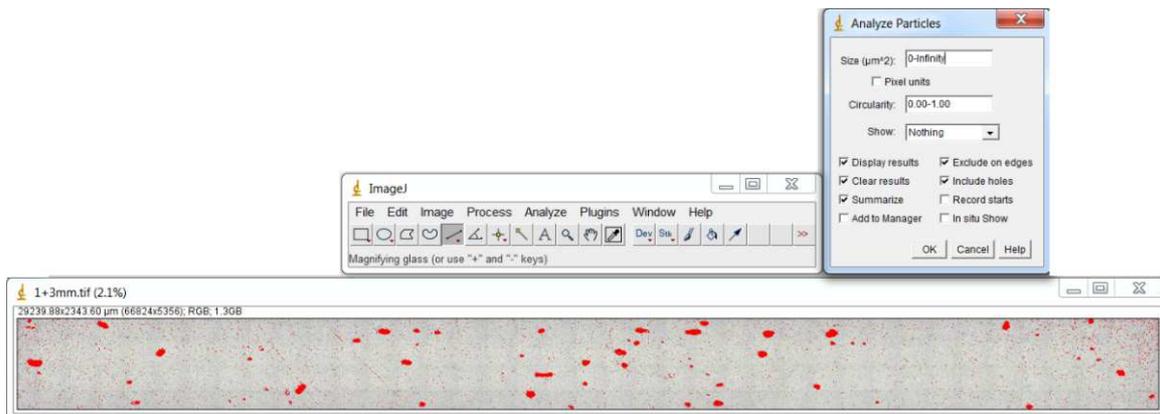


Figure 46 : Calcul du nombre de particules sélectionnées

En plus du taux de porosité, la caractérisation de la porosité prend en compte les paramètres qui caractérisent la porosité à savoir le diamètre des pores D , le rapport R des diamètres D et d , la longueur des pores l , la distance entre les pores L et le nombre de pores par échantillon N .

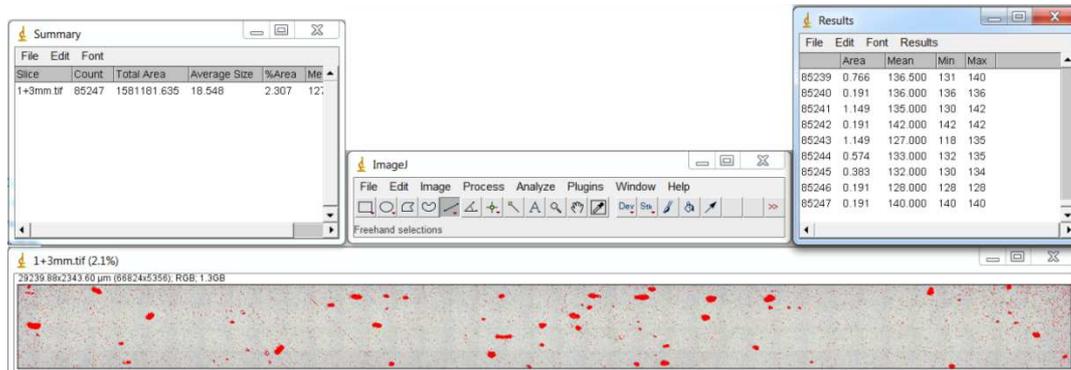


Figure 47 : Calcul

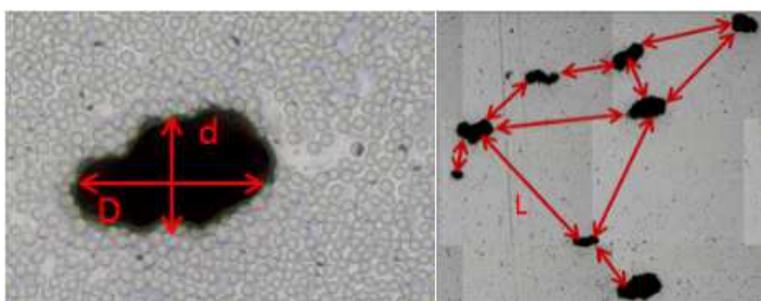


Figure 48 : Diamètres D et d des pores (à gauche) et distance L entre les pores (à droite)

1.1.6.3 Caractérisation du plissement :

Les paramètres du plissement sont illustrés sur la figure 49 et sont la longueur de plissement λ , la hauteur de plissement δ , la hauteur des plis déformés par rapport à la surface de la plaque h et l'angle de désalignement θ_{max} , se font aussi sous le logiciel Image J comme on peut le voir sur les figures 50, 51 et 52. Le plissement a une amplitude de 0,6 mm, pour une période de 14,8 mm et un angle de désalignement de 6,6°.

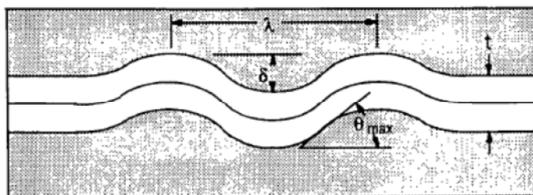


Figure 49 : Schéma des 3 paramètres d'un plissement

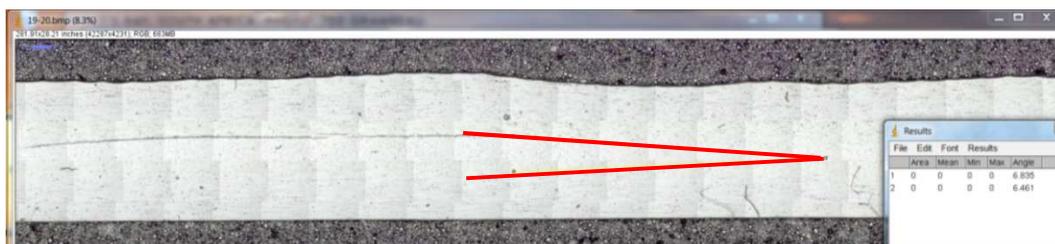


Figure 50 : Mesure de l'angle de désalignement

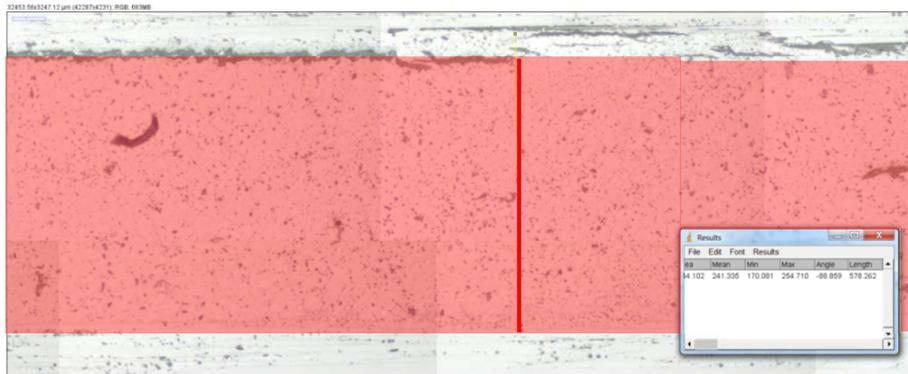


Figure 51 : Mesure de l'amplitude du plissement (représenté en rouge)

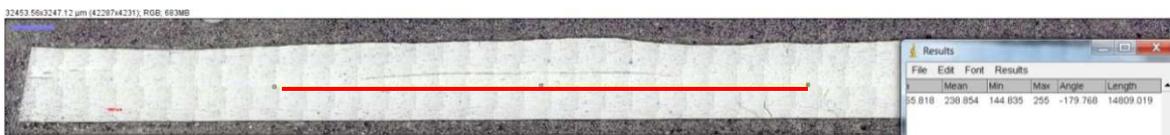


Figure 52 : Mesure de la période (ou longueur) du plissement

II. Etude de la porosité

Pour étudier le défaut de porosité et comprendre son influence sur le comportement mécanique, un protocole de mise en œuvre et de caractérisation est mis en place.

II.1 Plaques étudiées

II.1.1 Matériau utilisé

Le matériau étudié est un stratifié constitué de plis pré-imprégnés (pré-preg) verre/epoxy de référence GUBD 2306 de Krempel Group©. Le pré-preg est un tissu pré-imprégné de résine qui se met en forme en appliquant une température et pression précises. Le tissu a une épaisseur de 0,2 mm.

II.1.2 Objectif concernant la porosité

L'objectif de l'étude est de caractériser l'influence des pores sur le comportement mécanique du matériau. Pour cela, on choisit de mettre en œuvre un matériau dit « sain » avec un taux de porosité le plus proche de 0% et un matériau dit « avec défauts » qui contient plus ou moins 1% de porosité et un autre avec un taux supérieur à 2%. La gamme de porosité est choisie en fonction de la norme de l'aéronautique et de l'aérospatiale qui veut que toutes structures ayant un taux de porosité supérieur à 1% doit être rebutées.

Par ailleurs, lors de cette étude, la porosité prise en compte est seulement la meso-porosité et la macro-porosité avec un diamètre de pores supérieur à 50 μm . En effet, l'influence de la porosité sur les caractéristiques mécaniques est plus importante avec des porosités de grandes dimensions.

Ceci peut se justifier en se basant sur le cas d'une plaque composite trouée. En effet, la mécanique de la rupture montre que la contrainte nécessaire pour amorcer une rupture au niveau d'un trou est fonction du diamètre de celui-ci comme dans l'étude de Leguillon et al. [2]. La figure 53 représente le graphique de la contrainte nécessaire à l'amorçage d'une fissure en fonction du diamètre du trou. Il existe un diamètre limite où la contrainte nécessaire augmente exponentiellement pour atteindre un facteur multiplicatif de l'ordre de 3. Par conséquent la micro-porosit  avec des pores de diam tre inf rieur   50 μm n'est pas prise en compte dans cette  tude car elle impliquerait un niveau de contrainte inatteignable.

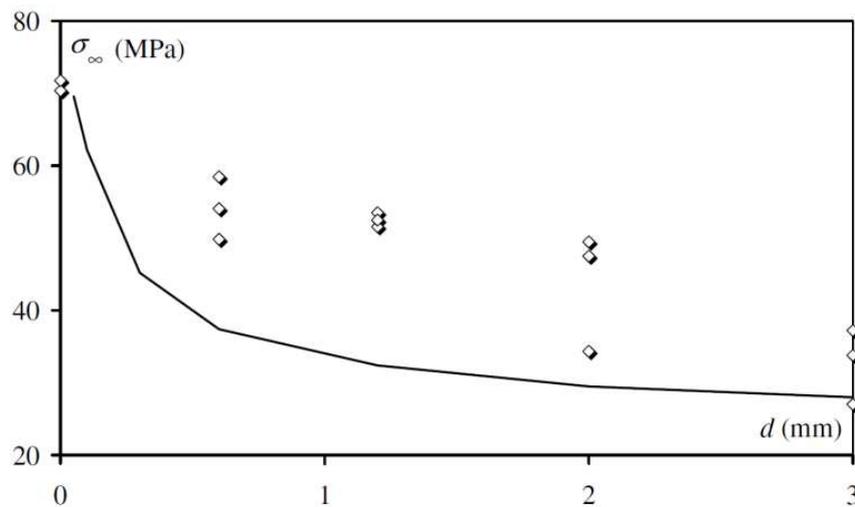


Figure 53 : Contrainte   l'amor age d'une rupture en fonction du diam tre d'un trou dans une plaque avec les valeurs calcul es en ligne noire et les valeurs exp rimentales [2]

II.1.3 Proc d  de mise en forme et param tres

Les plaques sont mises en  uvre par un sous-traitant. L'entreprise AIC Composite, une filiale d'Europe Technologie, a  t  choisie du fait de sa proximit  avec l'IRT Jules Verne et l'ENSAM Angers. Plusieurs solutions de mise en forme sont disponibles dont une presse chauffante et une  tuve avec syst me de mise sous vide. Ce dernier proc d  est choisi car il permet de contr ler au maximum les deux d fauts souhait s,   savoir la porosit  et le plissement.

Pour obtenir diff rents taux de porosit  sur les plaques finales, le mat riau est mis en  uvre avec diff rents cycles de cuisson,   savoir des temp ratures, des pressions et des temps diff rents. Ces param tres sont ajust s en fonction des donn es mat riau fourni par Krempel Group .

II.1.4 Plaques finales

Le premier type de plaque est celui du mat riau sain. Dans cette  tude, le mat riau est consid r  comme sain quand il ne pr sente aucun macro-pore sur les coupes micrographiques. Il sera alors consid r  que le mat riau contient 0% de porosit .

Ce type de plaque est mise en œuvre sous presse chauffante, afin d'appliquer une forte pression qui permet de chasser le gaz de la plaque et donc d'éviter l'apparition de macro-pores, avec un cycle de cuisson long ce qui permet de laisser le temps aux macro-pores de se refermer. La figure 54 représente le schéma du procédé de mise en forme sous presse. Les plaques sont maintenues pendant 7h, à une température de 90°C à une pression de 2 bar et un système de dépression sous vide à -300mbar pour éviter l'écoulement de la résine en dehors de la plaque.

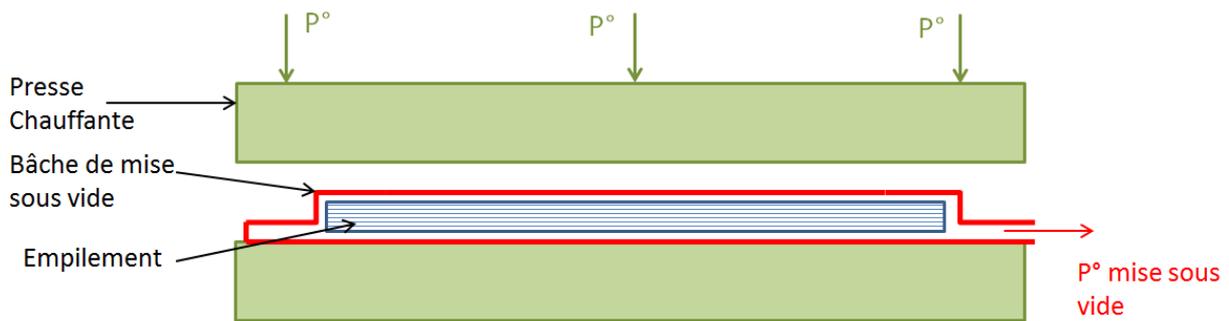


Figure 54 : Schéma du procédé pré-imprégné sous presse

Le deuxième type de plaque est celui du matériau avec porosité. La difficulté est de mettre en œuvre les plaques en contrôlant le mieux possible leur taux de porosité afin de les obtenir avec deux types de porosités bien distinctes. Les plaques sont fabriquées en étuve, avec une mise sous vide, afin de laisser les porosités se former, en appliquant une faible pression sur l'empilement. Le schéma du procédé est illustré sur la figure 55. Une étude préliminaire sur l'influence de la pression de mise sous vide, sous étuve, a permis d'exclure un possible effet sur la formation de la porosité.

Dans le but d'obtenir deux types de porosité avec une plaque à un taux de porosité proche de 1% et une autre avec un taux de porosité supérieur à 2%, deux cycles différents de cuisson sont utilisés en faisant varier le temps de cuisson. En effet, en jouant sur le temps de cuisson, les pores auront plus ou moins le temps de se remplir de résine. Pour avoir un taux de polymérisation équivalent pour les 2 cycles de cuisson, on augmente alors la température de cuisson du cycle qui a une durée réduite :

- Cycle de cuisson pour obtenir un taux de porosité proche de 1% :
 - Pression de vide = 300 mbar
 - Temps de cuisson = 7h
 - Température de cuisson = 90°C
- Cycle de cuisson pour obtenir un taux de porosité supérieur à 2% :
 - Pression de vide = 300 mbar
 - Temps de cuisson = 2h
 - Température de cuisson = 120°C

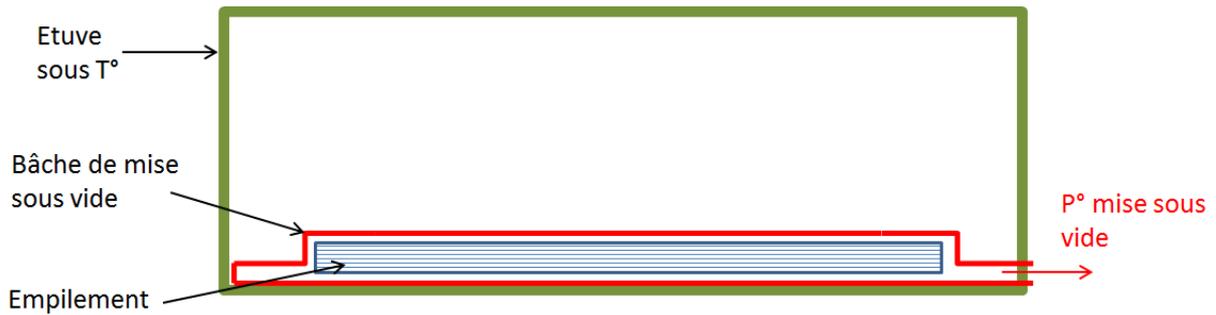


Figure 55 : Schéma du procédé pré-imprégné sous étuve

Il est important de noter qu'en en industrie, l'objectif est de limiter au maximum l'occurrence de porosités dans un matériau. Ainsi, le protocole mis en place dans le cadre du projet SIMSCEF et de cette thèse a présenté un certain « défis technologique » : comment générer volontairement un taux de porosité donné dans une structure, les trois de taux de porosités retenus, 0, 1 et supérieur à 2%, permettant une analyse paramétrique des effets des porosités sur le comportement mécanique du matériau.

II.2 Analyse d'images par microscopie optique

Comme cela a été présenté précédemment, dans un premier temps, les échantillons sont découpés à la scie circulaire puis polis afin d'être analysés.

II.2.1 Plaques « saines »

La figure 14 présente la coupe micrographique d'un échantillon d'une plaque fabriquée sous presse. L'échantillon ne présente aucuns macro-pores et est donc considéré comme sain. L'agrandissement de la figure 56 met en avant la présence de micro-pores. Cette présence de micro-pores, qui présentent des diamètres bien inférieur à 50 μm au sein du stratifié ne compte pas dans l'étude comme expliqué au paragraphe II.1.2.

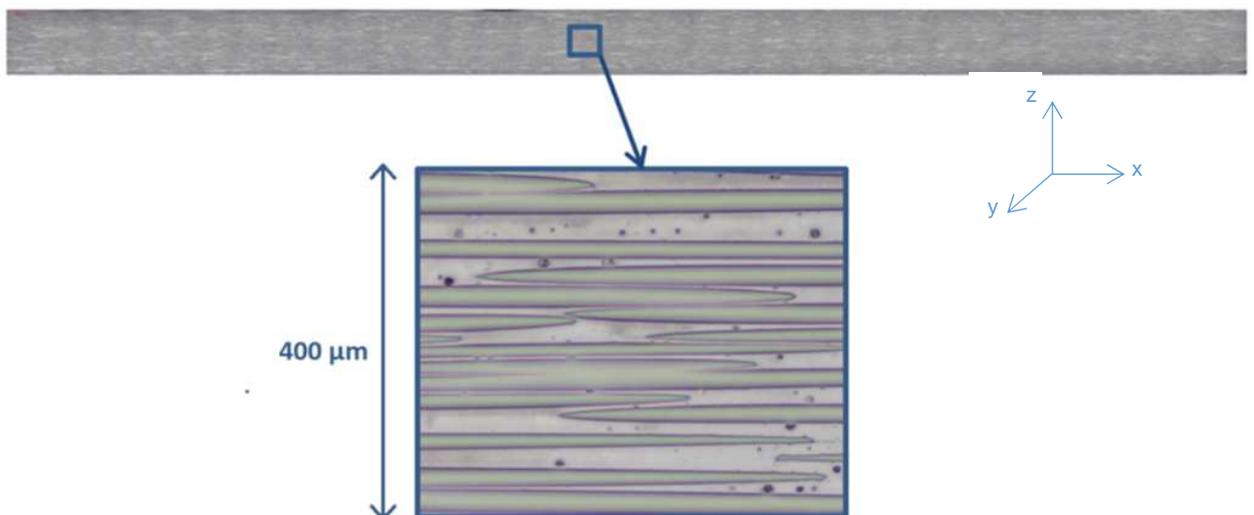


Figure 56 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse

La figure 57 confirme le niveau de la porosité observé sur la coupe longitudinal avec seulement la présence de micro-pores qui ne sont pas pris en compte dans l'étude.

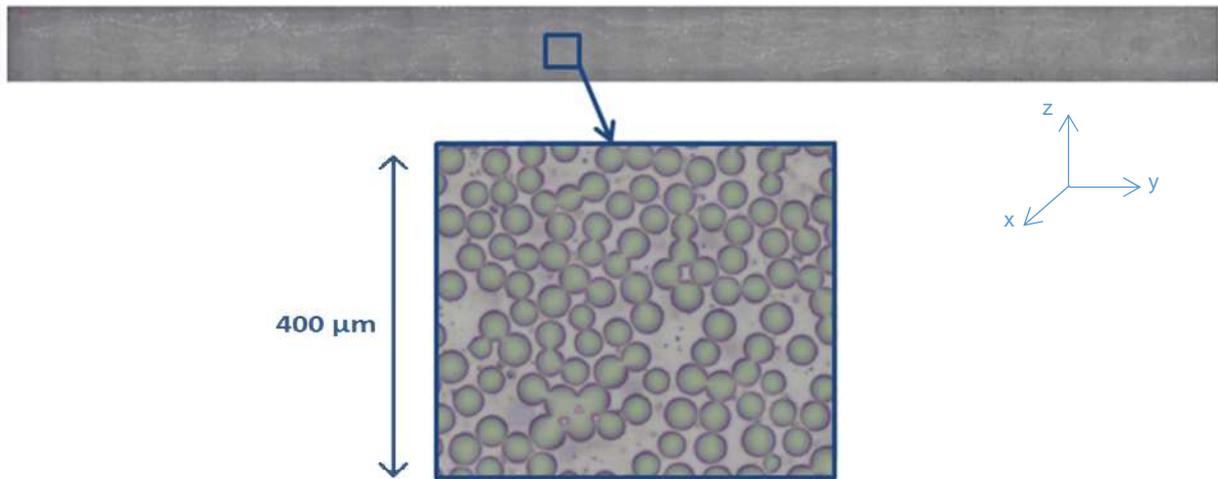


Figure 57 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse

II.2.2 Plaques à $\pm 1\%$ de porosité : IN1242/porosité « - »

La micrographie d'un échantillon d'une plaque sous étuve à 90°C pendant 7h est présentée sur la figure 58. La coupe micrographique transversale laisse apparaître la présence de macro-pores de plus ou moins grandes dimensions et avec une dispersion assez homogène au sein de l'échantillon. Les macro-pores semblent avoir une forme circulaire voir ellipsoïdale.

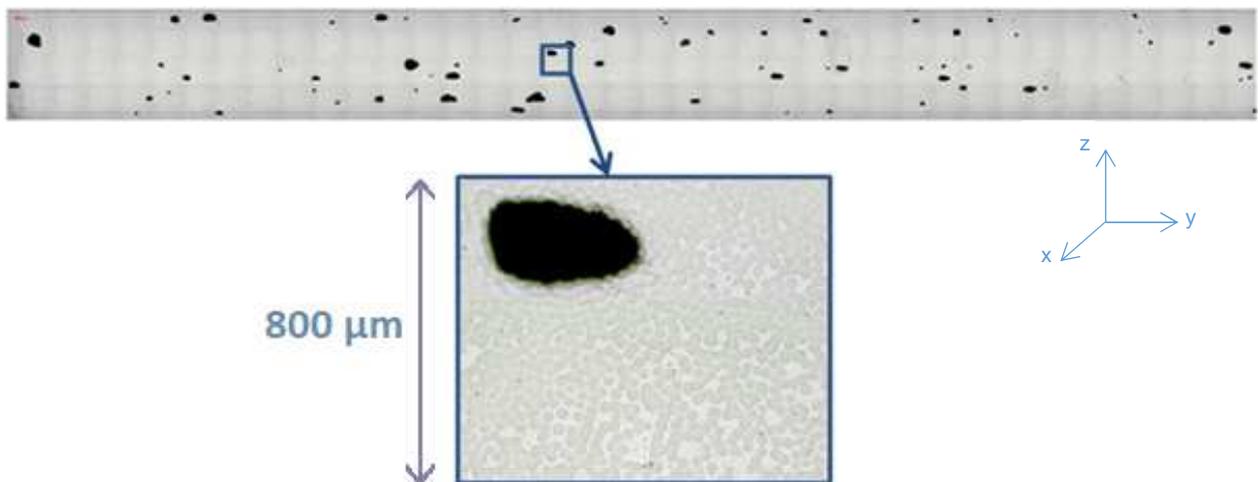


Figure 58 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C

Ces macro-pores se forment le long des fibres comme illustré sur la coupe micrographique longitudinale sur la figure 59. La longueur des pores est plus ou moins variable.

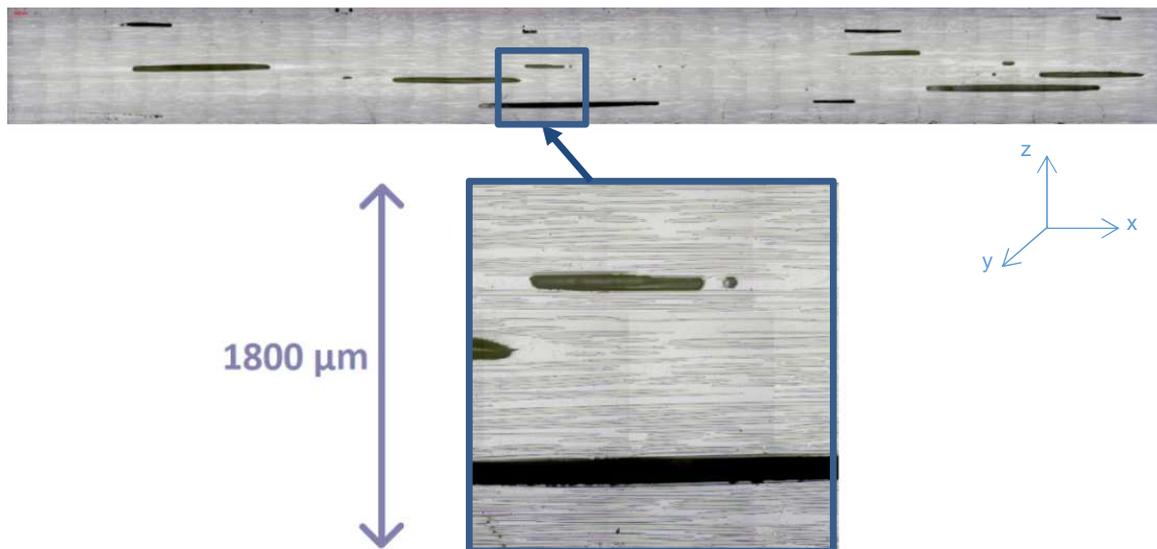


Figure 59 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C

II.2.3 Plaques à $\pm 3\%$: IN1250/porosité « + »

La figure 60 présente une coupe micrographique transversale d'un échantillon d'une plaque mise en œuvre sous étuve à 120°C pendant 2h. L'échantillon possède de nombreux macro-pores de plus ou moins grandes dimensions avec une dispersion répartie sur l'ensemble de l'échantillon dont les valeurs de dimensions et la distribution sont présentés par la suite. Tout comme la plaque à cuisson longue, les pores semblent avoir une forme ellipsoïdale plus ou moins prononcée.

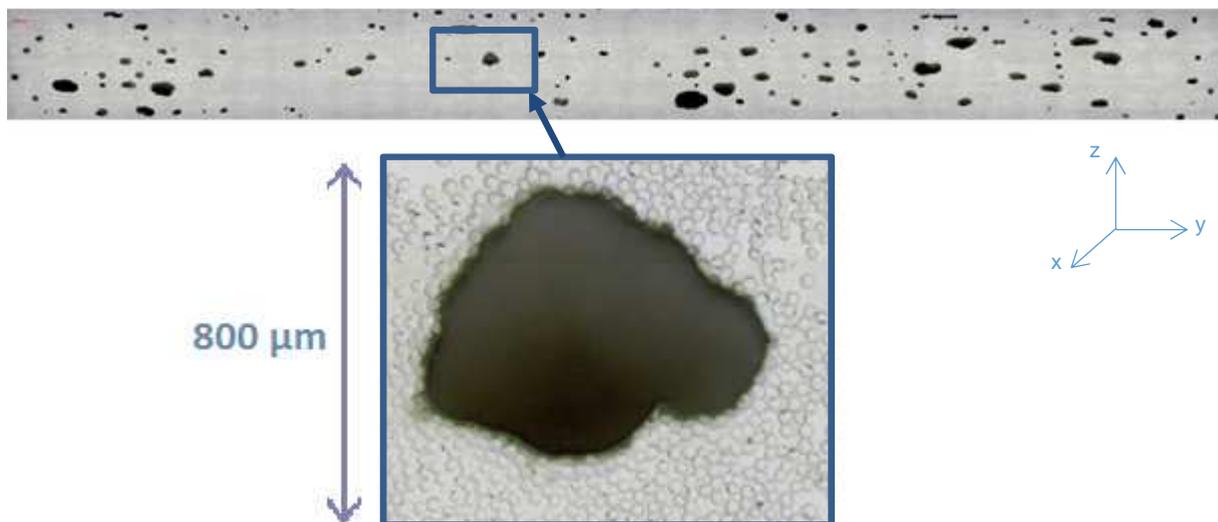


Figure 60 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C

Comme pour la plaque IN1242, les macro-pores se forment le long des fibres et ont une longueur plus ou moins variables comme le montre la coupe micrographique longitudinale en figure 61.

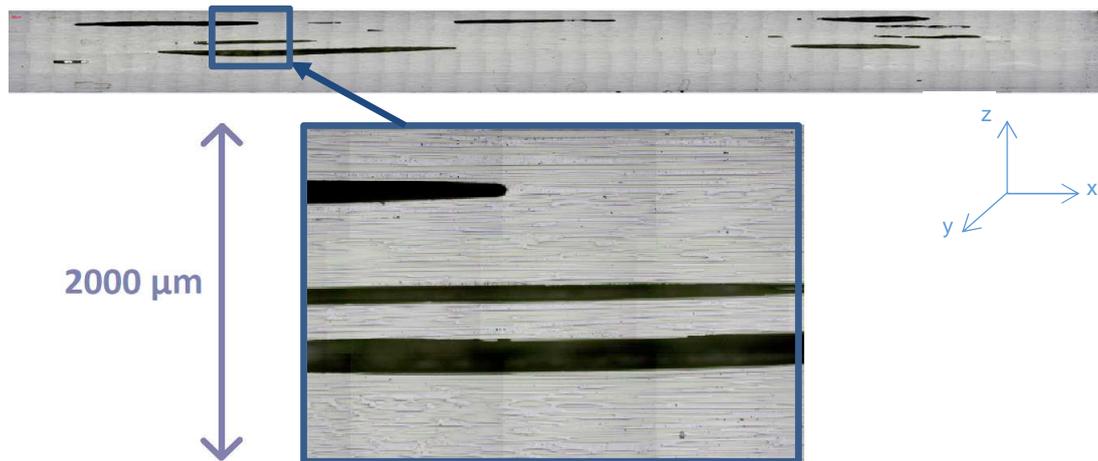


Figure 61 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C

II.3 Analyse déterministe et probabiliste des résultats de la porosité

Ce paragraphe montre les résultats de caractérisation déterministe et probabiliste sur les différents paramètres caractéristiques de la porosité observée, à savoir : le taux de porosité, les dimensions des pores et la distance entre eux. Pour chaque type de plaque, 8 échantillons de 20 mm x 5 mm sont découpés à des endroits différents.

Chaque surface d'échantillon est analysée une fois, puis l'échantillon est poli une deuxième fois à une profondeur de 3mm afin de déterminer l'évolution de la porosité dans une même zone. La plaque à courte cuisson avec un taux de porosité supposé de 1% est la plaque référencée IN1242 et la plaque à longue cuisson avec un taux de porosité supposé de 3% est la plaque IN1250.

II.3.1 Protocole de caractérisation probabiliste

Afin de modéliser au mieux les données analysées, la caractérisation probabiliste se fait en plusieurs étapes :

- Choix du type d'identification en fonction du nombre de données et du type de données :
 - S'il existe peu de données, la caractérisation se fait avec la fonction de répartition (ou de densité) cumulée empirique. C'est le cas pour les paramètres du taux de porosité et du nombre de pores par échantillon avec 16 valeurs.
 - S'il existe beaucoup de données, la caractérisation se fait avec la fonction de répartition relative. C'est le cas pour les diamètres des pores, le rapport des diamètres des pores et la distance entre les pores.
 - Si les données sont des variables discrètes, c'est-à-dire des données numériques ayant des valeurs dénombrables entre deux valeurs comme le

nombre de pores par échantillon, les données sont modélisées avec des lois discrètes.

- Si les données sont des variables continues, c'est-à-dire des données numériques ayant un nombre infini de valeurs entre deux valeurs comme le taux de porosité, les dimensions des pores, la distance entre les pores, les données sont modélisées avec des lois continues.
- Ajustement d'une loi de probabilité avec les données [2] :
 - Il existe différentes méthodes pour ajuster les paramètres d'une loi à des données comme la méthode des moments, méthode des moindres carrés ou la méthode du maximum d'entropie. Dans cette étude, la méthode utilisée sera la méthode du maximum de vraisemblance qui est déjà programmée dans les logiciels de traitement des données.
- Tests d'adéquation pour valider la loi de probabilité utilisée et comparer différentes lois [2] :
 - Tout comme les méthodes d'ajustement, il existe différents tests d'adéquation dont trois principaux qui seront utilisés dans le protocole de caractérisation probabiliste : le test de Kolmogorov-Smirnov (K-S) [3], le test d'Anderson-Darling (A-D) [4] et le test du Khi-Deux.

La construction de l'histogramme, avec les valeurs des données en fréquence relative et en fréquence cumulée, se fait en calculant le nombre de colonne k qui illustreront les n -valeurs des données, de la façon suivante :

$$k = 1 + \log_2 n \quad (10)$$

La méthode du maximum de vraisemblance a été introduite par R. A. Fischer en 1922 [5] et consiste à prendre comme estimation d'un paramètre θ , la valeur qui rend maximale la vraisemblance. Elle représente, pour une variable aléatoire X à n -échantillons, la fonction notée $L(x_1, x_2, \dots, x_n; \theta)$ qui correspond à la densité de probabilité de (X_1, X_2, \dots, X_n) . L'estimation des paramètres se fait par itérations jusqu'à une valeur de précision choisie. En pratique, l'estimation de θ est une solution de l'équation :

$$\frac{\partial}{\partial \theta} \ln(X; \theta) = 0 \quad (11)$$

Pour chaque test, deux hypothèses sont confrontées : H_0 qui correspond au fait que les données suivent la distribution spécifiée et H_a qui est que les données ne suivent pas cette distribution. L'hypothèse H_0 est rejetée à un certain niveau de confiance $1-\alpha$, choisi auparavant, si la valeur du test calculée est plus grande qu'une valeur critique choisie dans un tableau. Dans le protocole choisi, le niveau de risque est 0.05.

Le test de Kolmogorov-Smirnov [4] est basé sur la plus grande différence verticale D entre une fonction de distribution cumulée empirique et théorique :

$$D = \max_{1 \leq i \leq n} \left(F(x_i) - \frac{i-1}{n}, \frac{i}{n} - F(x_i) \right) \quad (12)$$

Où F est la fonction de distribution cumulée et est défini par :

$$F_n(x) = \frac{1}{n} \cdot [\text{number of observations} \leq x] \quad (13)$$

Le test de Kolmogorov-Smirnov est assez sensible à la médiane et est donc bien adapter pour détecter des écarts entre les distributions cumulées.

Contrairement au test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling [4] est plus sensible sur toute l'étendue de la distribution notamment sur les queues de distribution. Les différences entre les deux tests sont le calcul de valeur du test statistique, à savoir A^2 pour le test d'Anderson-Darling, et les valeurs critiques qui sont comparées à la valeur du test.

$$A^2 = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i-1) \cdot [\ln F(x_i) + \ln(1 - F(x_{in-i+1}))] \quad (14)$$

Le test du Khi-Deux a été proposé par le statisticien K. Pearson en 1900 [6]. Il diffère lui aussi des deux autres avec la valeur du test calculée χ^2 et le calcul de valeur critique qui est comparé à la valeur du test.

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^k \frac{(O_i - E_i)^2}{E_i} \quad (15)$$

Où k est le nombre de gammes choisi pour distribuer les n -échantillons, O_i est la fréquence observée à la gamme i et E_i est la fréquence prévue pour la gamme i .

La fréquence prévue E_i est calculée par :

$$E_i = F(x_2) - F(x_1) \quad (16)$$

Où F est la fonction de distribution cumulée de la loi testée.

Quelques soient les modèles validés par les tests, ils seront comparés à la loi lognormal à 3 paramètres qui est une loi connue, utilisée dans la plupart des études probabilistes et qui a l'avantage d'être bornée entre 0 et $+\infty$. Elle présente un sens physique plus important que la loi normale du fait de ne pouvoir être négative ce qui est le cas des paramètres étudiés dans cette étude.

Ce protocole a été choisi car il est utilisé dans la plupart des études probabilistes et qu'il est intégré dans le logiciel de traitement des données mathwave Easyfit© qui permet de comparer 50 lois de distribution continues usuelles comme la loi Lognormal, la loi Beta, la loi Gamma ou la loi de Weibull, et 8 lois de distribution discrètes, à savoir la loi Bernoulli, la loi Binomiale, la loi Uniforme discrète, la loi géométrique, la loi hypergéométrique, la loi logarithmique, la loi de Poisson et la loi Binomiale négative.

L'ajustement des paramètres s'effectue par itérations jusqu'à 10.000 itérations avec une précision souhaitée de 95%.

Les résultats sont présentés dans deux tableaux :

- Le tableau des résultats présente dans la colonne « Statistique », la valeur du test statistique qui doit être minimisé, et dans la colonne « Rang », le classement de la loi parmi les 50 lois comparées. De plus, un code couleur indiquera si la loi a été rejeté ou non pour le test, à savoir rouge pour oui et vert pour non.
- Le tableau d'ajustement des paramètres des lois utilisées avec la valeur de chaque paramètre ajusté.

II.3.2 Taux de porosité

II.3.2.1 Résultats

Les taux surfaciques de porosité des échantillons sont mesurés et énumérés dans le tableau 5. Les taux de porosité varient entre 1,1% et 5,4% pour la plaque courte cuisson et entre 0,5% et 2,2% pour la plaque longue cuisson. Les données sont analysées avec 3 paramètres : la moyenne μ , l'écart-type σ et coefficient de variation CV . Pour une variable X à n -échantillons (x_1, x_2, \dots, x_n) , les calculs permettant de trouver ces valeurs sont ci-dessous :

$$\mu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (17)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n}} \quad (18)$$

$$CV = \frac{\sigma}{\mu} \quad (19)$$

Echantillon IN1250	Taux de porosité	Echantillon IN1242	Taux de porosité
1	1,642	1	1,508
2	2,269	2	0,566
3	2,307	3	0,467
4	4,345	4	1,292
5	2,473	5	1,093
6	1,852	6	1,022
7	2,404	7	1,069
8	1,057	8	1,382
1+3mm	1,342	1+3mm	1,649
2+3mm	4,748	2+3mm	0,672
3+3mm	4,085	3+3mm	0,811
4+3mm	4,331	4+3mm	2,238
5+3mm	3,213	5+3mm	1,638
6+3mm	3,024	6+3mm	1,324
7+3mm	3,993	7+3mm	1,113
8+3mm	5,426	8+3mm	1,307
μ_p	3,032	μ_p	1,197
σ_p	1,318	σ_p	0,452
CV	0,435	CV	0,378

Tableau 5 : Taux de porosité pour les échantillons de la plaque IN1250/porosité « + » et IN1242/porosité « - »

Le taux surfacique moyen de porosité μ_p est de 3% pour la plaque porosité « + », sous courte cuisson, avec un écart-type σ_p de 1,3% et un coefficient de variation CV de 40% qui illustre la grande variabilité du taux de porosité sur une même plaque. Cette variabilité se retrouve également dans la plaque porosité « - », sous longue cuisson avec un écart-type σ_p de 0,5% pour un taux de porosité moyen μ_p de 1,2%, soit un coefficient de variation CV de 38%.

Il est important de signaler que malgré cette variabilité observée sur les taux de porosité, le protocole de fabrication de plaque avec un taux de porosité donné « contrôlé », respectivement 1% et 3%, a donné, malgré sa complexité, des matériaux avec une moyenne empirique de taux de porosité égale à 1,2% et 3%.

II.3.2.2 Résultats Probabilistes

Le taux de porosité des plaques a été caractérisé avec 16 échantillons soit 16 valeurs. Pour une étude déterministe, un échantillonnage de 16 valeurs est considéré comme grand, mais pour une étude probabiliste, cet échantillonnage est considéré comme faible au vu de la variabilité observée dans l'étude déterministe. Ce paramètre est donc caractérisé avec la fonction de répartition cumulée avec des lois continues car les données sont des variables continues. La figure 62 représente l'histogramme des fréquences cumulées pour la plaque porosité « - » à 1.2% de porosité moyenne.

Le tableau 6 énumère les résultats des 3 tests statistiques, à savoir le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test du Khi-deux.

Le tableau des résultats présente dans la colonne « Statistique », la valeur du test statistique qui doit être minimisé, et dans la colonne « Rang », le classement de la loi parmi les 50 lois comparées.

Le modèle de Dagum ressort comme le meilleur modèle pour le test A-D et le test χ^2 alors que le test K-S place la loi Normal comme la meilleure loi pour caractériser le taux de porosité de la plaque porosité « - ». Les 3 modèles sont visibles sur l'histogramme de la figure 20.

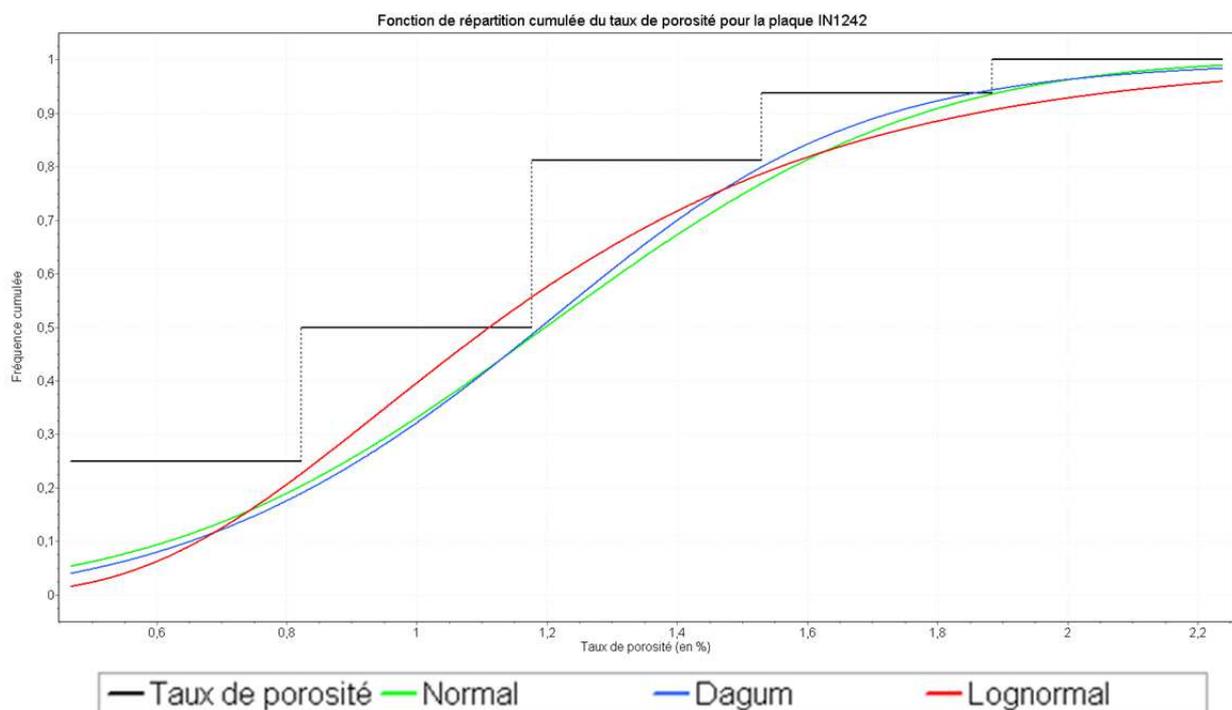


Figure 62 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Dagum	0,100	2	0,182	1	0,027	1
Lognormal	0,167	34	0,413	30	0,440	19
Normal	0,099	1	0,219	6	0,341	16

Tableau 6 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité -

La loi Lognormal est moins bonne que la loi de Dagum et la loi Normal pour le test K-S et le test A-D mais est meilleure que la loi Normal pour le test χ^2 . Les résultats pour les tests K-S et A-D sont très proches au vu des statistiques des tests.

Les 3 lois n'ont pas été rejetées par les 3 tests et elles prédisent bien graphiquement les données avec un taux de porosité proche de 1.2% pour une fréquence cumulée de 50% qui correspond à la moyenne déterministe sauf pour la loi Lognormal qui prédit un taux de porosité moyen de 1%. Ces 3 lois sont définies ci-dessous :

- Loi de Dagum :
 - Paramètres : Paramètre de forme k , paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
 - Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha k \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^{\alpha k - 1}}{\beta \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^\alpha\right)^{k+1}} \quad (20)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^\alpha\right)^{-k} \quad (21)$$

- Loi Normal :
 - Paramètres : σ écart-type de x , μ moyenne de x
 - Domaine : $-\infty \leq x \leq +\infty$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{x - \mu}{\sigma}\right)^2\right)}}{\sigma\sqrt{2\pi}} \quad (22)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\frac{x - \mu}{\sigma}\right) \quad (23)$$

Où Φ est l'intégral de Laplace

- Loi Lognormal :
 - Paramètres : σ écart-type de $\ln(x)$, μ moyenne de $\ln(x)$
 - Domaine : $0 \leq x \leq +\infty$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln(x - \gamma) - \mu}{\sigma}\right)^2\right)}}{(x - \gamma)\sigma\sqrt{2\pi}} \quad (24)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi \left(\frac{\ln(x - \gamma) - \mu}{\sigma} \right) \quad (25)$$

Les valeurs des paramètres des 3 lois de distribution sont présentées dans le tableau 7. La loi Lognormal donne une bonne représentation de la donnée comparée aux deux lois qui ont les meilleurs résultats des tests statistiques. De plus elle prend en compte les données positives car elle est bornée entre 0 et $+\infty$, tout comme la loi Dagum. La loi Normal n'est pas bornée et donc il y a une faible probabilité d'avoir un taux de porosité négatif.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Dagum	$k = 0,363 \quad \alpha = 7,60 \quad \beta = 1,497 \quad \gamma = 0$
Lognormal	$\sigma = 0,402 \quad \mu = 0,10$
Normal	$\sigma = 0,452 \quad \mu = 1,197$

Tableau 7 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « - »

Il est essentiel d'appliquer une loi de distribution qui prend en compte le même type de valeurs que le type de données à analyser, dans le cas du taux de porosité, on ne peut pas obtenir de valeur négative tout comme pour les autres paramètres de la porosité. Les deux lois sélectionnées pour caractériser le taux de porosité de la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité moyenne, sont la loi de Dagum et la loi Lognormal.

Pour la plaque porosité « + », à 3% de porosité moyenne, les lois de distribution les plus adaptées ne sont pas les mêmes que pour la plaque porosité « - ». Le test K-S et la loi A-D identifie la loi Johnson SB comme meilleur modèle pour prédire les données alors que le test du Khi-deux met la loi Lognormal comme meilleur modèle.

Les résultats des tests sont présentés sur le tableau 8 et l'histogramme cumulé des données sont visibles sur la figure 63. Graphiquement, les modèles sous estiment un peu les données avec des taux de porosité à une fréquence cumulée de 50% plus ou moins proche de la moyenne déterministe de 3%, à savoir 2,9% pour la loi Johnson SB et la loi Lognormal.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Johnson SB	0,102	1	0,169	1	0,602	26
Lognormal	0,165	32	0,325	23	0,005	1

Tableau 8 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité « + »

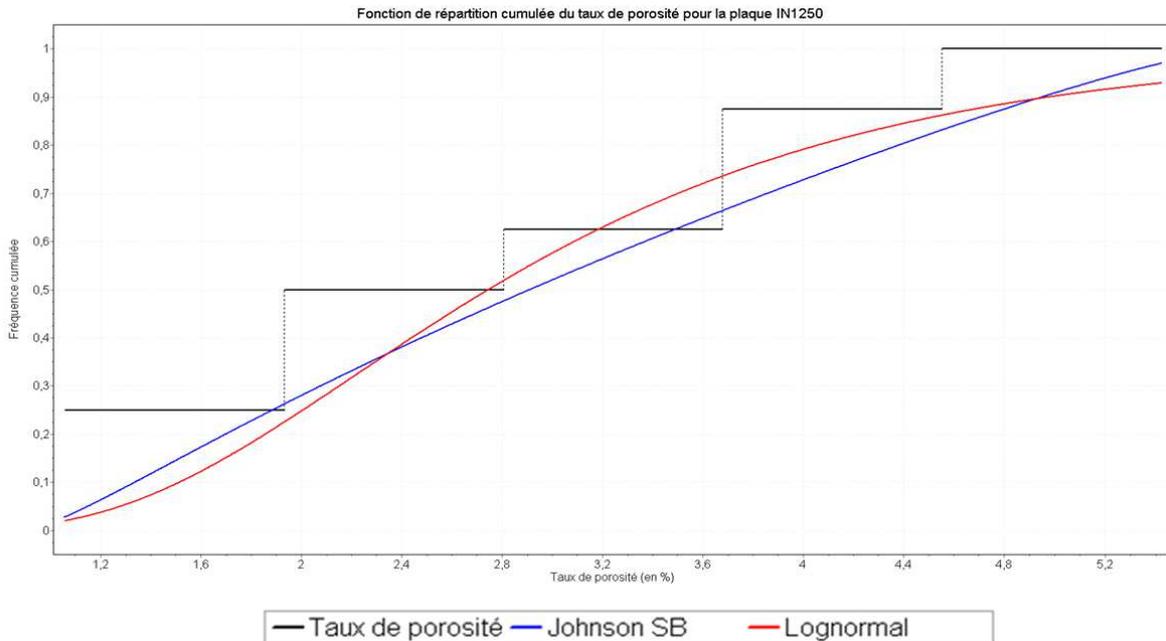


Figure 63 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

La loi Lognormal a de bons résultats pour les 3 tests statistiques, qui sont aussi assez proches des résultats de la loi Johnson SB selon les 3 tests. Les 2 lois sont validées par les 3 tests statistiques. La définition de la loi Lognormal est présentée pour l'analyse du taux de porosité de la plaque porosité « - » et la loi Johnson SB est définie ci-dessous :

- Loi Johnson SB :
 - Paramètres : Paramètre de forme γ , paramètre de forme δ , paramètre d'échelle λ , paramètre de localisation ξ
 - Domaine : $\xi \leq x \leq \xi + \lambda$

Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\delta}{\lambda\sqrt{2\pi z(1-z)}} e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\gamma + \delta \ln\left(\frac{z}{1-z}\right)\right)^2\right)} \quad (26)$$

Où $z \equiv \frac{x-\xi}{\lambda}$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\gamma + \delta \ln\left(\frac{z}{1-z}\right)\right) \quad (27)$$

Où Φ est l'intégral de Laplace

La valeur des paramètres des 2 lois est énumérée dans le tableau 9. Le modèle Johnson SB n'est pas borné et il ne peut donc pas être utilisé pour modéliser les données du taux de porosité de la plaque porosité +. La loi sélectionnée pour modéliser ce paramètre est donc la loi Lognormal.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Johnson SB	$\gamma = 0,241$ $\delta = 0,681$ $\lambda = 4,982$ $\xi = 0,854$
Lognormal	$\sigma = 0,464$ $\mu = 1,009$

Tableau 9 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « + »

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste du taux de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3 Dimensions moyennes des pores

Les pores qui forment la porosité globale possède une variabilité dimensionnelle qui est caractérisée par 3 paramètres, à savoir : i) le diamètre noté D , ii) la longueur l et iii) le rapport des diamètres R .

II.3.3.1 Diamètre des pores

Pour caractériser la variabilité du diamètre, des mesures ont été effectués sur 326 pores pour la plaque porosité « - » et 802 pour la plaque porosité « + ». Ce paramètre est ensuite caractérisé par sa fonction de densité relative.

La figure 64 représente l'histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Au vu de l'histogramme, le paramètre D est très variable avec des valeurs qui varient entre 28.2 μm et 733.0 μm .

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life (3P)	0,029	1	0,350	1	7,364	1
Lognormal	0,045	15	0,869	13	10,561	20

Tableau 10 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - »

Un seul modèle ressort premier des 3 tests statistiques, à savoir le modèle Fatigue Life à 3 paramètres qui est défini tel que :

- Paramètres : Paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} + \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}}{2\alpha(x-\gamma)} \cdot \phi\left(\frac{1}{\alpha}\left(\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} - \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}\right)\right) \quad (28)$$

Où ϕ est la fonction de densité de probabilité de la loi Normal.

○ Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\frac{1}{\alpha}\left(\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} - \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}\right)\right) \quad (29)$$

Où Φ est l'intégral de Laplace.

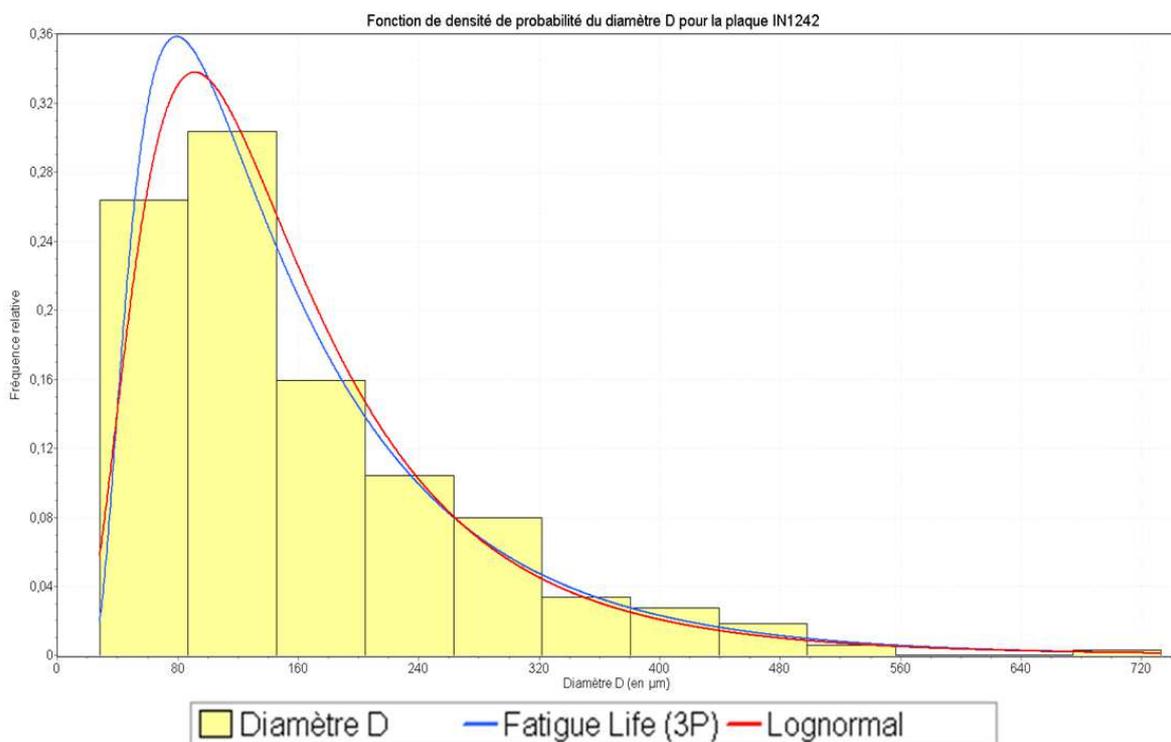


Figure 64 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité superposé avec la loi lognormal et fatigue life.

Le tableau 10 présente les résultats des tests statistiques. La loi Lognormal a des résultats proches de ceux du modèle Fatigue Life (3P) sauf pour le test A-D. Les deux lois sont bornées aux données positives ce qui exclut d'obtenir des diamètres négatifs. De plus, elles ne sont rejetées par aucun des tests statistiques.

Cependant, la loi Fatigue Life (3P) borne les valeurs faibles avec le paramètre γ mais sa valeur est de 11 μm ce qui n'est pas aberrant et proche de la limite macro/micro pores. Les deux lois sont donc sélectionnées pour modéliser les données sur le diamètre des pores pour la plaque porosité « - » avec les paramètres du tableau 11. Les 2 lois sont illustrées sur l'historgramme de la figure 22.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 0,730$ $\beta = 120,5$ $\gamma = 11,404$
Lognormal	$\sigma = 0,625$ $\mu = 4,904$

Tableau 11 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - »

Les données sur le diamètre D des pores, pour la plaque porosité « + », sont représentées sur l'histogramme de la figure 65. Tout comme pour la porosité de la plaque porosité « - », le diamètre des pores est très variable avec un diamètre minimum de 35,4 μm et un maximum de 1827,7 μm .

Les deux porosités observées sur les plaques porosité « - » et porosité « + » ont donc une différence au niveau du taux de porosité, mais aussi au niveau du diamètre des pores avec des pores plutôt de plus grande dimension pour la porosité à 3% comparée à la porosité à 1,2%.

Pour modéliser la variabilité du diamètre D des pores de la plaque porosité « + », la meilleure loi est celle de Burr à 4 paramètres pour les 3 tests statistiques. Les valeurs des résultats sont visibles sur le tableau 12 et les valeurs des paramètres des lois sur le tableau 13. La loi Lognormal est aussi utilisée pour modéliser et comparer le modèle avec celui de Burr (4P). Les 2 modèles sont présentés sur l'histogramme de la figure 65.

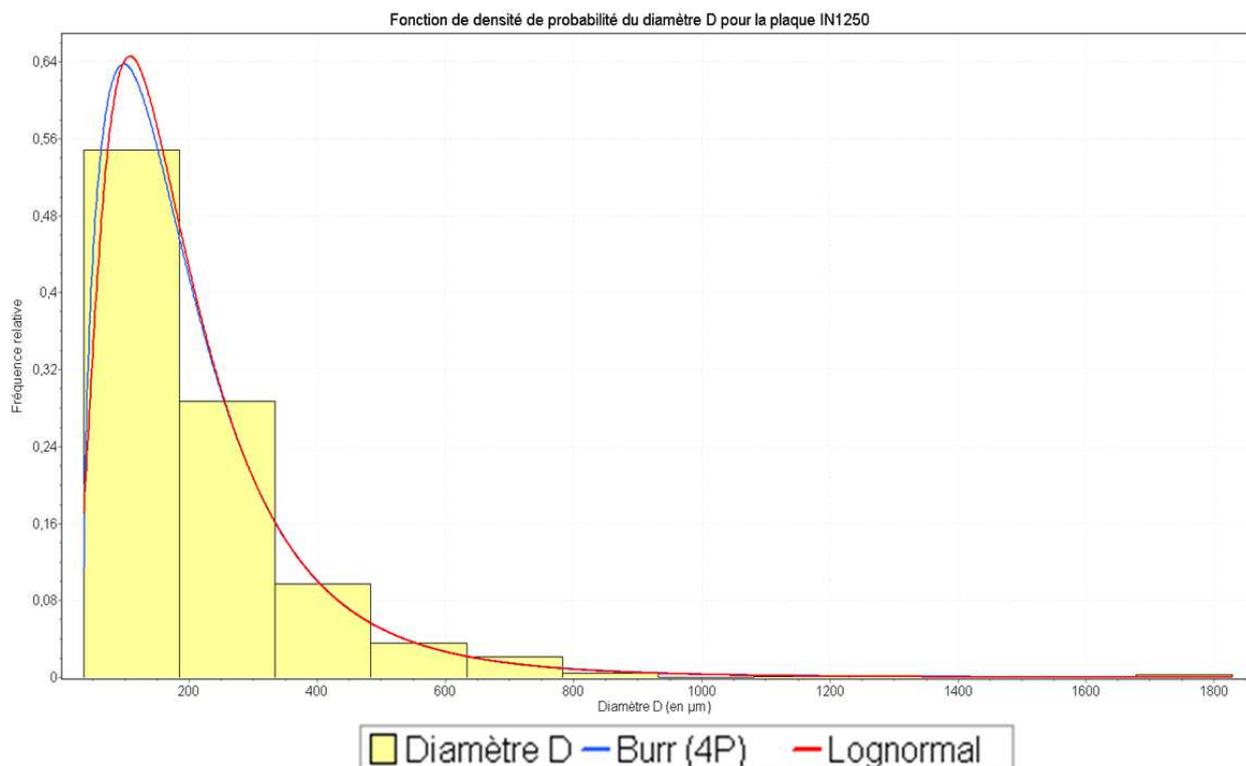


Figure 65 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Burr (4P)	0,020	1	0,448	1	3,495	1
Lognormal	0,030	5	0,997	7	8,512	7

Tableau 12 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Burr (4P)	$k = 2,931$ $\alpha = 1,460$ $\beta = 334,65$ $\gamma = 34,7$
Lognormal	$\sigma = 0,681$ $\mu = 5,140$

Tableau 13 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »

Le modèle de Burr à 4 paramètres est une variante du modèle de Dagum et est défini tel que :

- Paramètres : Paramètre de forme k , paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha k \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^{\alpha-1}}{\beta \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^\alpha\right)^{k+1}} \quad (30)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = 1 - \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^\alpha\right)^{-k} \quad (31)$$

Le modèle de Burr (4P) et le modèle Lognormal étant bornés aux données positives, et étant validés par les 3 tests, ils sont sélectionnés pour modéliser le diamètre des pores de la plaque porosité « + » avec 3% de porosité sachant que le modèle de Burr (4P) est borné aux diamètres supérieurs à 37 μm ce qui semble réaliste vis-à-vis des résultats.

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste du diamètre de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3.2 Longueur l des pores

La longueur des pores a été mesurée sur les coupes longitudinales de plusieurs échantillons et un total de 65 pores est utilisé pour la plaque porosité « - » et 73 pores pour la plaque porosité « + ». Ce paramètre est donc caractérisé avec sa fonction de densité relative.

La figure 66 présente l'histogramme des fréquences relatives des longueurs des pores pour la plaque porosité -. L'histogramme illustre bien la variabilité de ce paramètre avec des valeurs allant de 51 μm à 5437 μm mais une large partie, soit 93%, des pores ont des diamètres inférieurs à 1600 μm . Les 3 tests statistiques désignent deux modèles comme étant les plus proches des données, les tests K-S et A-D positionnent le modèle Fatigue Life comme meilleur modèle alors que le test Khi-deux met la loi Weibull. Les résultats des tests sont visibles dans le tableau 14 avec les résultats du rang et de la valeur du test pour chaque modèle.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life (3P)	0,098	1	0,511	1	6,704	13
Lognormal	0,137	22	1,031	11	4,561	4
Weibull (3P)	0,112	3	1,686	17	2,669	1

Tableau 14 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « - »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 2,136$ $\beta = 327,34$ $\gamma = 87,82$
Lognormal	$\sigma = 1,229$ $\mu = 6,319$
Weibull (3P)	$\alpha = 0,624$ $\beta = 687,45$ $\gamma = 95,114$

Tableau 15 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « - »

Les modèles Fatigue Life (3P) et Lognormal sont définis dans les paragraphes précédents et le modèle de Weibull (3P) est une variante du modèle de Fréchet et est identifié tel que :

- Paramètres : Paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{x - \gamma}{\beta} \right)^{\alpha-1} e^{-\left(\frac{x-\gamma}{\beta} \right)^\alpha} \quad (32)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^\alpha} \quad (33)$$

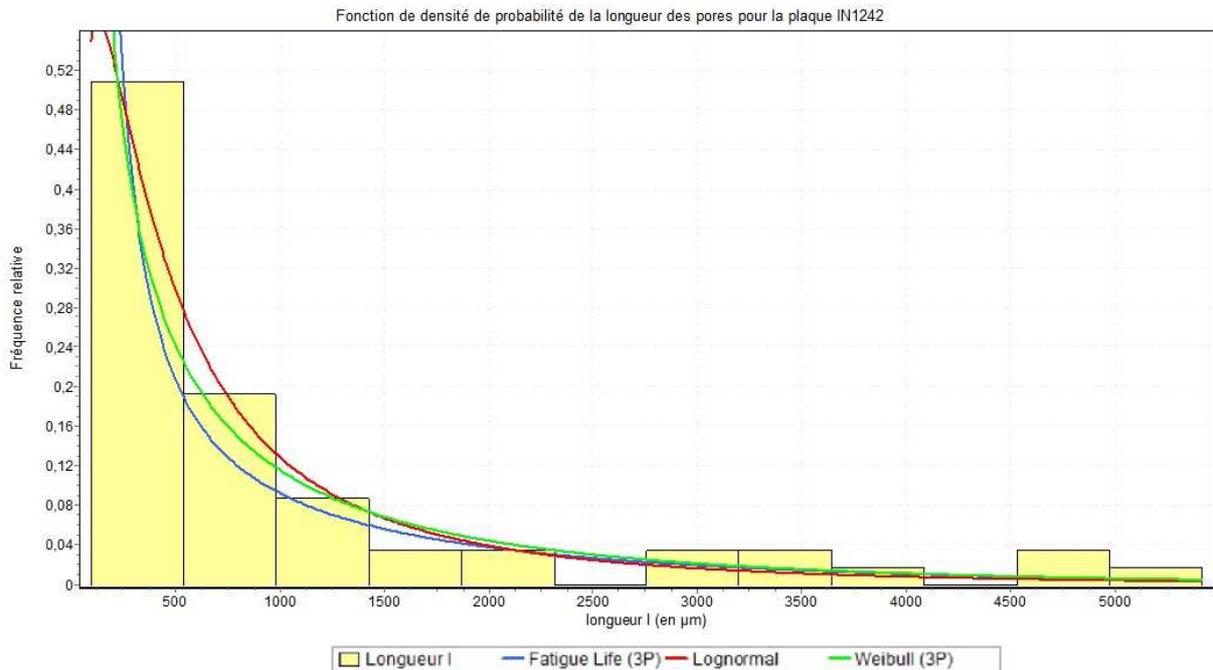


Figure 66: Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Les lois de Weibull et Fatigue Life (3P) sont bornées aux données positives, tout comme la loi Lognormal, mais elles sont bornées aux valeurs faibles par le paramètre γ , respectivement $87,82 \mu\text{m}$ pour la loi Fatigue Life (3P) et $95,114 \mu\text{m}$ pour la loi Weibull (3P) ce qui n'est pas réaliste.

Mais ces valeurs étant faibles, et vu que les 3 lois sont validées par les trois tests statistiques, les 3 modèles sont utilisés pour modéliser la longueur des pores pour la plaque porosité « - ». La valeur des paramètres ajustés de chaque loi sont visibles sur le tableau 15.

La figure 67 représente l'histogramme des valeurs de la longueur des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité. La variabilité de ce paramètre est plus importante que pour la plaque porosité « - » avec des longueurs de pores bien plus dispersées, même si la valeur maximum est inférieure à celle de la plaque porosité « - ».

Les tests statistiques placent 2 modèles comme le meilleur, à savoir le modèle Fatigue Life (3P) pour le test A-D et le test Khi-deux, et le modèle Johnson SB pour le test K-S. Les résultats des tests ainsi que le classement des lois sont visibles dans le tableau 16, et les 3 modèles sont illustrés sur la figure 67.

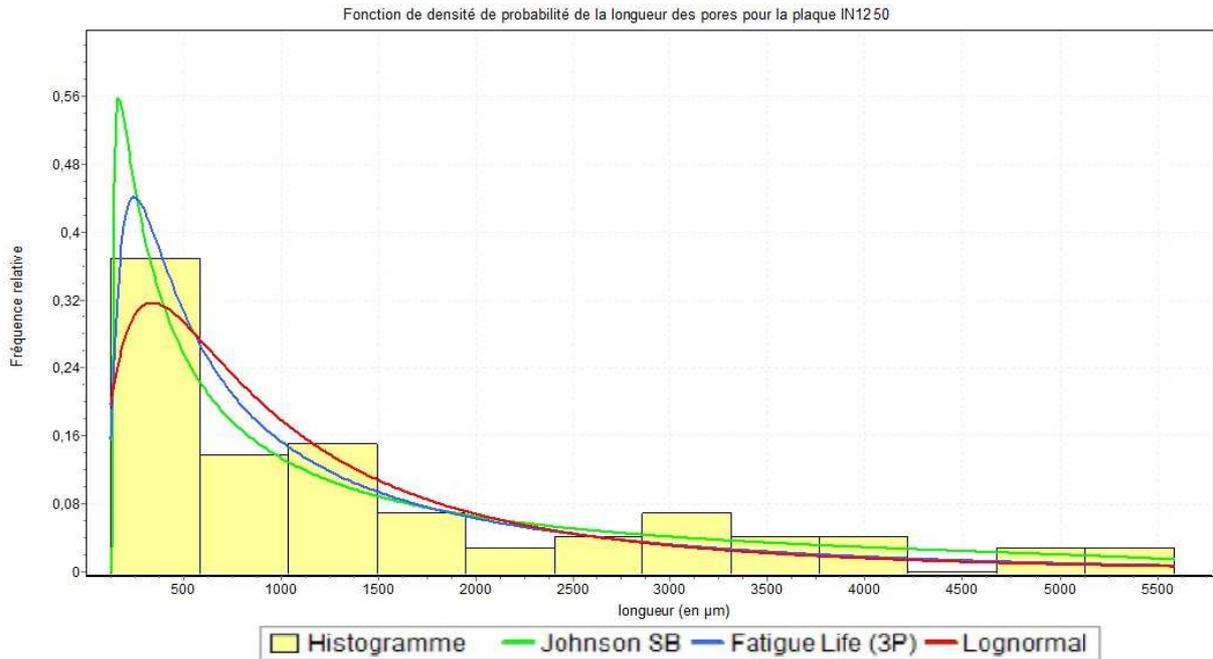


Figure 67 : Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life (3P)	0,098	11	0,511	1	6,704	1
Lognormal	0,053	8	0,649	5	4,008	6
Johnson SB	0,112	1	1,686	29	N/A	

Tableau 16 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »

Ces 3 modèles sont définis dans les paragraphes précédents. Le modèle Johnson SB n'est pas borné aux données positives ce qui l'exclut pour modéliser la longueur des pores. De plus il est rejeté par le test A-D. Les lois Fatigue Life (3P) et Lognormal sont bornés aux valeurs positives ce qui fait qu'il est possible de les utiliser pour modéliser la longueur des pores. La loi Fatigue Life (3P) est bornée aux faibles données avec le paramètre γ qui a une valeur ajustée de 61,6 μm soit une faible valeur comparée aux grandes valeurs prises par le paramètre étudié. Les 2 lois sont donc sélectionnées pour modéliser la longueur des pores pour la plaque porosité +. La valeur des paramètres ajustés sont visibles sur le tableau 17.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 1,253$ $\beta = 804,44$ $\gamma = 61,605$
Lognormal	$\sigma = 1,011$ $\mu = 6,851$
Johnson SB	$\gamma = 1,017$ $\delta = 0,551$ $\lambda = 6004,0$ $\xi = 130,69$

Tableau 17 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste de la longueur de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3.3 Forme des pores

La forme 3D des pores correspond à un cylindre dont la longueur est caractérisée dans le sens longitudinal et correspond au paramètre l , et la circonférence est caractérisée dans le sens transversal. Dans le sens longitudinal, des pores sont observés en ellipse tellement étirée que le pore correspond à une sorte de rectangle avec une hauteur qui varie peu sur toute la longueur. Cette hauteur correspond au diamètre d caractérisé dans le sens transversal. La forme des pores est donc à caractériser seulement dans le sens transversal avec le rapport R des diamètres :

$$R = \frac{D}{d} \quad (34)$$

Une forme parfaitement circulaire correspond à un rapport égal à 1, alors qu'un rapport inférieur à 1 correspond à des ellipses avec un diamètre d qui s'allonge et un rapport supérieur à 1 définit les ellipses avec un diamètre D qui s'allonge. Tout comme le diamètre des pores, la quantité de données pour caractériser le rapport des diamètres des pores est grande et les modèles sont identifiés sur la fonction de densité de probabilité relative. La figure 68 illustre l'histogramme des fréquences relatives du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - », avec un rapport R minimum de 0,7 et maximum de 5,8.

Les tests statistiques, dont les résultats sont visibles dans le tableau 18, mettent en évidence deux modèles, le test du Khi-deux met en premier la loi de Dagum, et le test K-D et A-D place la loi de Fréchet à 3 paramètres ou loi de la valeur maximum extrême type 2. Les valeurs des paramètres des lois sont énumérées dans le tableau 19.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Dagum	0,036	15	0,415	15	2,715	1
Fréchet (3P)	0,027	1	0,28	1	5,476	8
Lognormal	0,041	21	0,404	14	5,936	11

Tableau 18 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - »

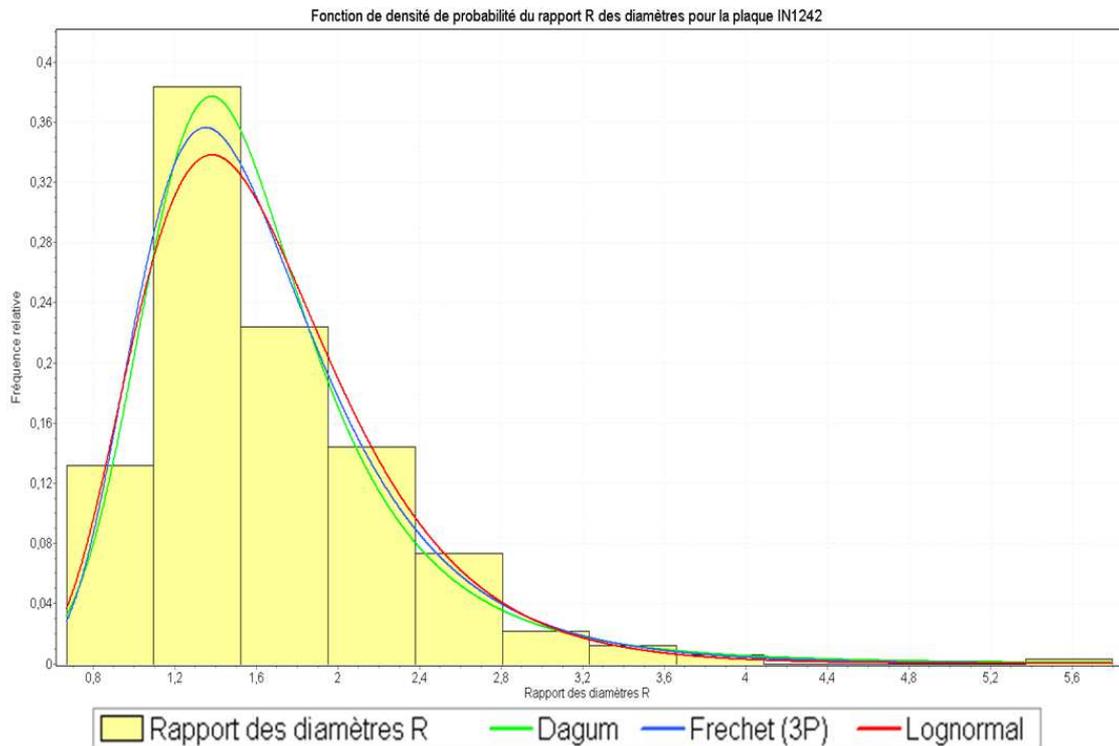


Figure 68 : Histogramme des fréquences relatives du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

La loi de Dagum est définie au paragraphe II.3.2.2 et la loi de Fréchet est identifiée telle que :

- Paramètres : Paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{\beta}{x - \gamma} \right)^{\alpha+1} e^{-\left(\frac{\beta}{x - \gamma} \right)^{\alpha}} \quad (35)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = e^{-\left(\frac{\beta}{x - \gamma} \right)^{\alpha}} \quad (36)$$

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Dagum	$k = 1,445 \quad \alpha = 4,583 \quad \beta = 1,378$
Fréchet	$\alpha = 18,683 \quad \beta = 8,257 \quad \gamma = 6,883$
Lognormal	$\sigma = 0,343 \quad \mu = 0,441$

Tableau 19 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - »

Les 3 modèles sont bornés aux données positives et ont de bons résultats aux tests statistiques en étant validés pour les 3 tests, elles sont donc sélectionnées pour modéliser le rapport des diamètres R sachant que la loi de Dagum met plus de poids sur les queues de distribution que les modèles de Fréchet et Lognormal. Les 3 modèles sont visibles sur l'histogramme de la figure 68.

La figure 69 illustre l'histogramme des fréquences relatives pour le rapport R des diamètres des pores de la plaque porosité « + », avec un taux de porosité de 3%. Comme la plaque porosité -, le rapport R varie entre chaque pore avec une majorité des rapports compris entre 0,8 et 3,2%. Le rapport minimum est de 0,55 pour un rapport maximum de 7,25.

Les tests statistiques, dont les résultats sont visibles dans le tableau 20, mettent la loi de Dagum (4P) comme meilleur modèle pour le test K-S et A-D, et la loi de Burr pour le test Khi-deux. Les 3 lois sont illustrées sur l'histogramme de la figure 69 et les valeurs des paramètres des lois utilisées sont énumérées dans le tableau 21.

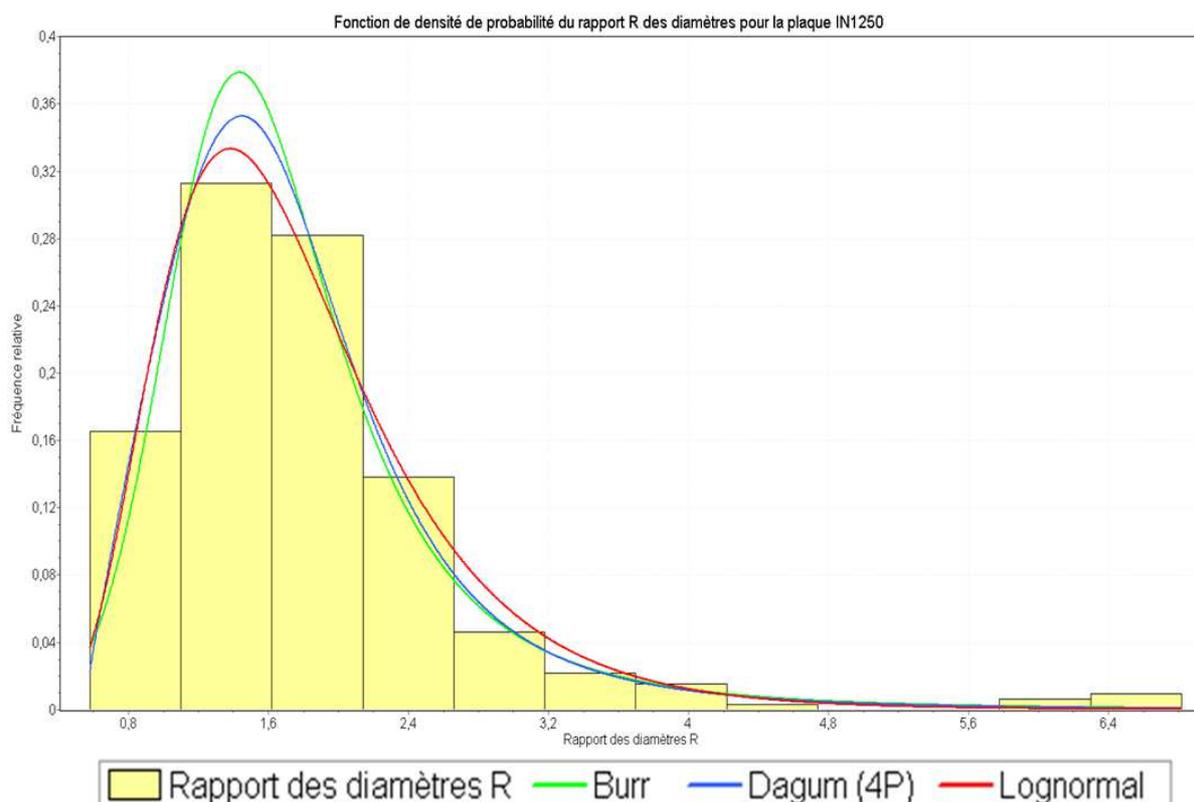


Figure 69 : Histogramme des fréquences du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

La loi Lognormal a des résultats de tests statistiques proches de ceux de la loi de Dagum (4P) et de la loi de Burr. De plus ces 3 lois sont bornées aux données positives ce qui évite d'obtenir des rapports de diamètres négatifs, et ne sont pas rejetées par les tests statistiques.

Les 3 modèles sont donc sélectionnés pour définir les rapports des diamètres des pores de la plaque porosité « + », sachant que le modèle Lognormal met plus de poids sur des petits et grands rapports que le modèle de Dagum (4P) et le modèle de Burr.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Dagum (4P)	0,021	1	0,228	1	6,856	2
Burr	0,035	2	0,352	3	2,898	1
Lognormal	0,0431	8	0,669	12	4,806	6

Tableau 20 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Dagum (4P)	$k = 0,541 \quad \alpha = 3,562 \quad \beta = 1,409 \quad \gamma = 0,546$
Burr	$k = 0,812 \quad \alpha = 4,705 \quad \beta = 1,516$
Lognormal (3P)	$\sigma = 0,413 \quad \mu = 0,484$

Tableau 21 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »

II.3.4 Répartition des pores

Pour caractériser la répartition des pores sur la plaque, deux paramètres sont identifiés : le nombre de pores par échantillon et donc par unité de surface, et la distance L entre les pores.

II.3.4.1 Nombre de pores par échantillon

Pour chaque coupe micrographique transversale, le nombre de pores est calculé afin de connaître la répartition des pores dans la plaque. Un échantillon correspond à une surface de 20 mm x 2 mm soit 40 mm². Du fait que l'étude se fait sur 16 échantillons, le nombre de pores par échantillon est caractérisé avec 16 valeurs, ce qui représente une faible quantité de données. Ce paramètre est donc caractérisé avec la fonction de répartition cumulée. De plus, les valeurs des données observées sont des valeurs discrètes car elles représentent un nombre entier de pores par échantillon, et donc ce paramètre doit être caractérisé avec des lois de distributions discrètes.

La figure 70 montre la distribution des fréquences cumulées du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Le nombre de pores, pour la surface de 40 mm², varie beaucoup entre deux échantillons avec un minimum de 24 pores et un maximum de 65 pores.

Du fait que les données soient des valeurs discrètes, le test de Khi-Deux ne s'applique à l'étude et donc seul les tests K-S et A-D sont utilisés par valider les modèles. Le test K-D met la loi Uniforme discrète en première position, alors que le test A-D place en première la loi Binomiale négative.

Ces 2 modèles sont présentés sur la figure 70, les résultats des tests statistiques sont énumérés dans le tableau 22 et les valeurs des paramètres des 2 lois sont visibles au tableau 23.

Distribution	Test K-S		Test A-D	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Binomiale négative	0,199	2	0,962	1
Uniforme discrète	0,133	1	4,012	3

Tableau 22 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - »

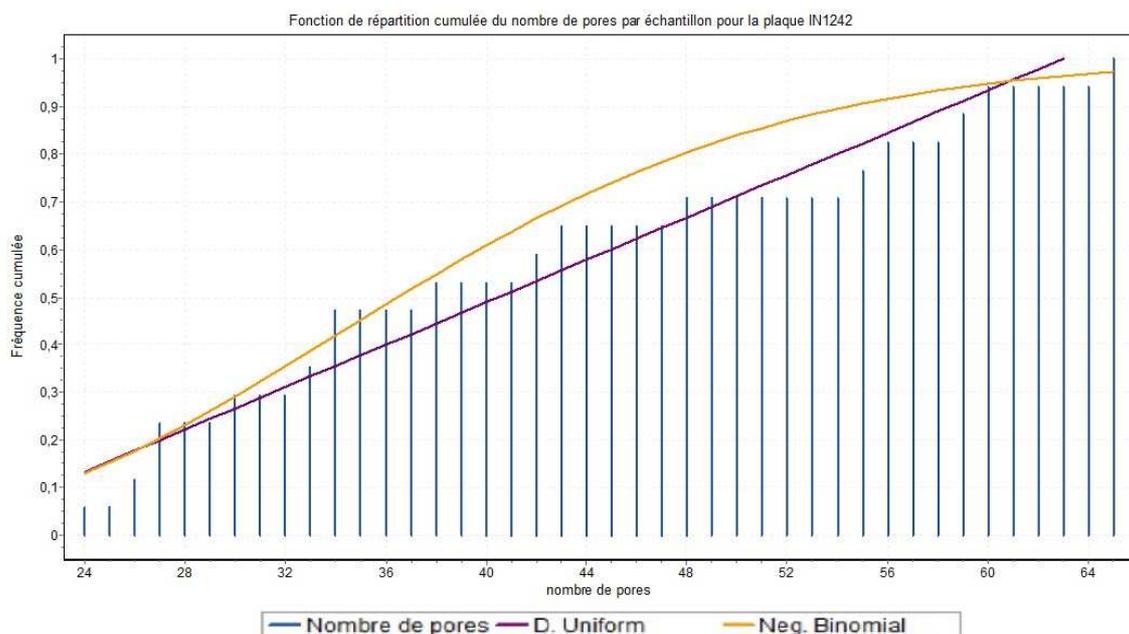


Figure 70 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Les lois Uniforme discrète et Binomiale négative sont définies telles que :

- Loi Uniforme discrète :
 - Paramètres : Paramètre des limites discrètes a et b
 - Domaine : $a \leq x \leq b$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{1}{b - a + 1} \quad (37)$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \frac{x - a + 1}{b - a + 1} \quad (38)$$

- Loi binomiale négative :

- Paramètres : nombre de succès n et probabilité continue d'un seul succès p
- Domaine : $0 \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \binom{n + x - 1}{x} p^n (1 - p)^x \quad (39)$$

Où $\binom{a}{b}$ est le coefficient binomial :

$$\binom{a}{b} = \frac{a!}{b! \cdot (a - b)!}$$

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = p^n \sum_{i=0}^x \binom{n + i - 1}{x} (1 - p)^i \quad (40)$$

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Binomiale négative	$n = 12$ $p = 0,239$
Uniforme discrète	$a = 19$ $b = 63$

Tableau 23 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité -

La loi Uniforme normale, contrairement à la loi binomiale négative, est bornée entre a et b , soit selon l'ajustage des paramètres 19 et 63 pores par échantillon. Cette limitation n'est pas réaliste physiquement et vis-à-vis des données. La loi Binomiale négative est bornée seulement pour les données à faibles valeurs, à savoir 12 pores par échantillon mais elle n'est pas bornée pour les données à grandes valeurs. De plus elle n'est rejetée par aucun des tests contrairement à la loi Uniforme qui est rejeté par le test A-D. Elle est donc plus réaliste comparée à la loi Uniforme discrète.

La figure 71 présente l'histogramme des fréquences cumulées du nombre de pores par échantillon de 40 mm² pour la plaque porosité « + ». Le nombre de pores varie beaucoup, pour un échantillon, entre 24 et 123 pores. La grande majorité du nombre de pores par échantillon est compris entre 80 et 100 par échantillon.

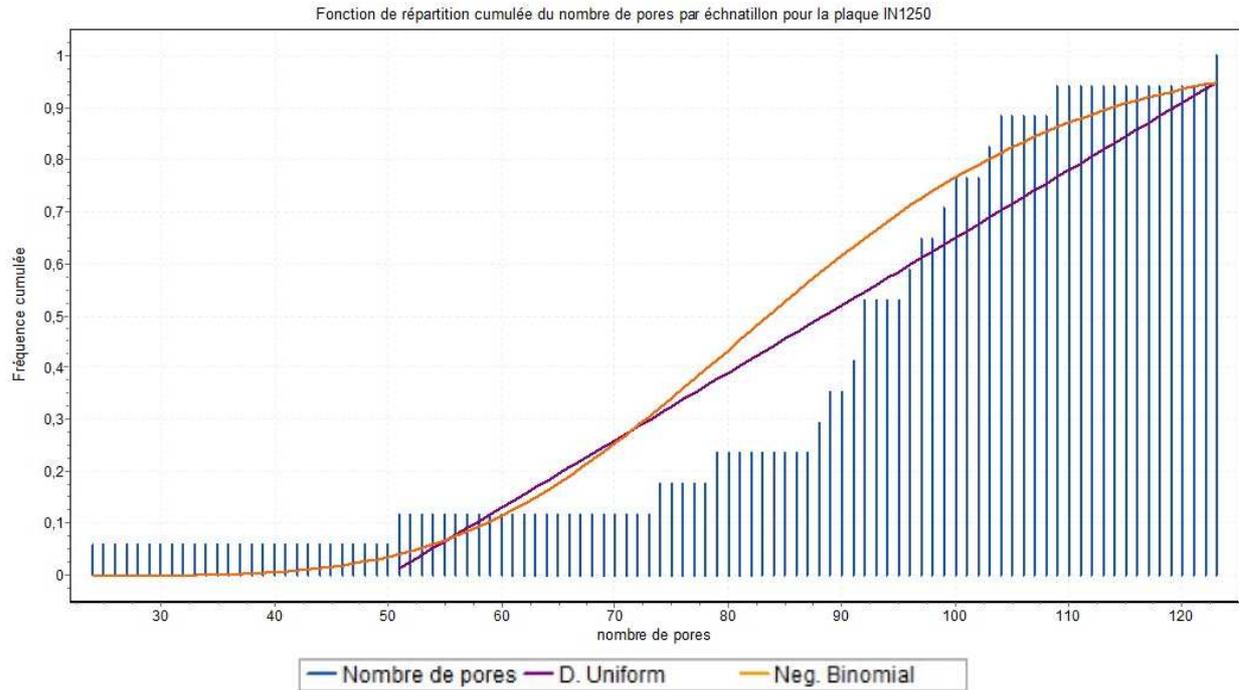


Figure 71 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Les 2 tests statistiques placent 2 lois de distribution différentes comme meilleur modèle. Le test A-D met la loi Binomiale négative comme meilleur modèle alors que le test de K-S identifie la loi Uniforme discrète comme meilleur modèle. Les résultats des tests statistiques sont visibles sur le tableau 24 et les valeurs des paramètres des modèles sont énumérées dans le tableau 25.

Distribution	Test K-S		Test A-D	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Binomiale négative	0,345	3	2,228	1
Uniforme discrète	0,258	1	5,247	3

Tableau 24 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Binomiale négative	$n = 19$ $p = 0,181$
Uniforme discrète	$a = 51$ $b = 127$

Tableau 25 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité « + »

Tout comme pour la plaque IN1242, la loi est Uniforme discrète est rejeté par le test de A-D et donc la loi Binomiale négative ressort comme la meilleure loi de distribution pour caractériser le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + ».

II.3.4.2 Distance entre les pores

Pour modéliser la répartition des pores dans un échantillon, et plus généralement dans la plaque, il est utile de caractériser la distance entre les pores. Pour cela, un grand nombre de données sont disponibles et la caractérisation se fait donc avec la fonction de densité de probabilité relative. Les angles entre les directions reliant les pores pourraient aussi être mesurés mais ce travail s'est révélé beaucoup trop chronophage.

La figure 72 illustre l'histogramme des fréquences relatives pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Une majorité des valeurs de L est comprise entre 100 μm et 1600 μm avec une distance minimum de 44 μm et une distance maximum de 6288 μm . Les pores sont assez bien espacés dans l'espace. Les 3 tests statistiques, dont les résultats sont visibles sur le tableau 26, mettent comme meilleur modèle la loi Gamma à trois paramètres. Les lois Gamma (3P) et Lognormal sont illustrées sur l'histogramme de la figure 72 et les valeurs des paramètres sont énumérées dans le tableau 27.

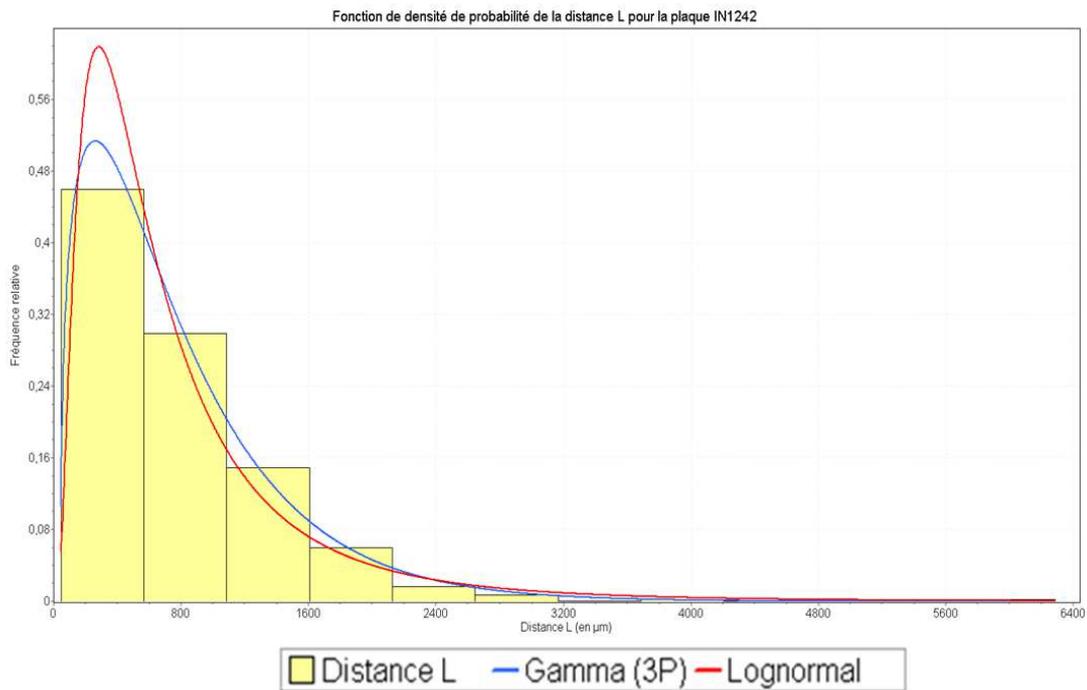


Figure 72 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Gamma (3P)	0,031	1	0,519	1	3,921	1
Lognormal	0,055	16	1,942	12	13,867	12

Tableau 26 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « - »

La loi Gamma (3P) est définie telle que :

- Paramètres : Paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{(x - \gamma)^{\alpha-1}}{\beta^\alpha \Gamma(\alpha)} e^{-\frac{(x-\gamma)}{\beta}} \quad (41)$$

Où Γ est la fonction de Gamma d'Euler.

- Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \frac{\Gamma_{(x-\gamma)/\beta}(\alpha)}{\Gamma(\alpha)} \quad (42)$$

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Gamma (3P)	$\alpha = 1,413 \quad \beta = 523,9 \quad \gamma = 43,021$
Lognormal	$\sigma = 0,837 \quad \mu = 6,343$

Tableau 27 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - »

Les deux lois modélisent bien les données de la distance L entre deux pores comme le montre la figure 72 et les deux lois sont bornées aux données positives. Malgré que la loi Lognormal soit rejetée par le test Khi-Deux et que la loi Gamma (3P), qui est validée par les 3 tests, ne prend pas en compte les distances L inférieures à 43 μm , les 2 modèles sont utilisés pour modéliser le paramètre. La figure 73 représente l'histogramme des distances L entre deux pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité. La distance L minimum est de 17 μm et la distance maximum de 1597 μm . Les pores sont plus proches que pour la plaque porosité « - » car le nombre de pores est bien plus important. Les 3 tests statistiques identifient la loi Fatigue Life comme meilleur modèle pour les données L . Les résultats des tests statistiques sont visibles dans le tableau 28. Le modèle Fatigue Life est défini au paragraphe II.3.3.1 et le modèle Lognormal au II.3.2.2. Les valeurs des paramètres des deux modèles sont énumérées dans le tableau 29.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ^2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life	0,044	1	0,885	1	14,723	1
Lognormal	0,053	6	0,987	3	16,787	8

Tableau 28 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « + »

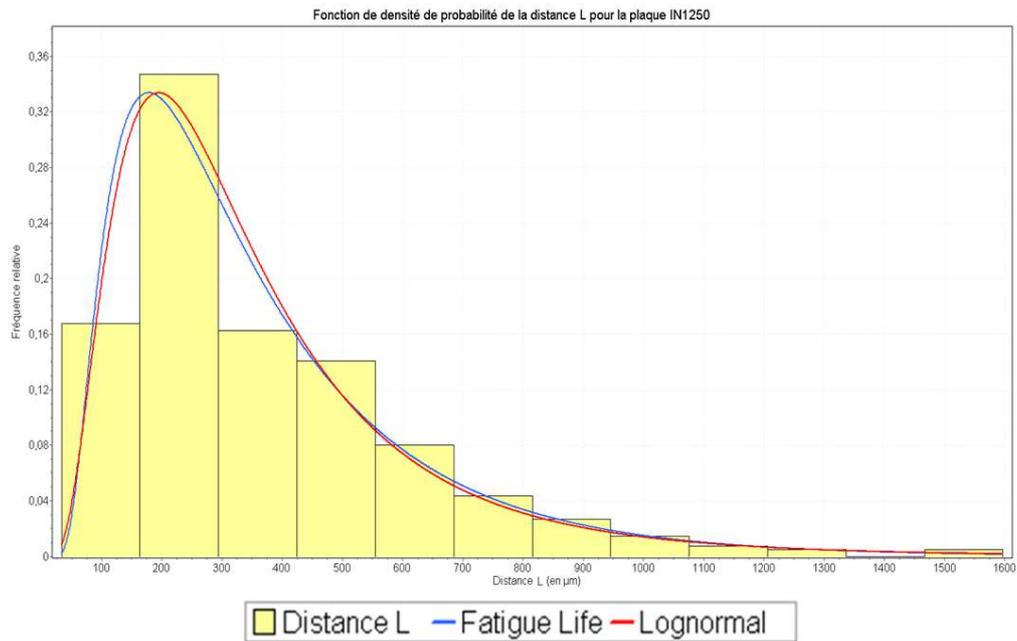


Figure 73 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Les deux lois ont de bons résultats pour les tests statistiques et sont bornées aux données positives. Cependant les deux lois sont rejetées par le test de Khi-Deux. Sachant qu'aucune des 50, lois analysées est validées par le test de Khi-Deux, les lois Fatigue Life et Lognormal sont donc sélectionnées pour modéliser la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « + », à 3,0 % de porosité.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life	$\alpha = 0,683 \quad \beta = 294,83 \quad \gamma = 0$
Lognormal	$\sigma = 0,647 \quad \mu = 5,692$

Tableau 29 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + »

II.4 Comparaison des deux porosités observées

Pour comparer les données caractéristiques des deux porosités observées sur les plaques porosité « - » et porosité « + », deux calculs statistiques sont utilisés en plus de la moyenne, à savoir le 3^{ème} quantile et la valeur du paramètre à $p=0,99$ qui sont des mesures utiles car peu sensibles aux distributions allongées comme c'est le cas pour certains paramètres. Le 3^{ème} quantile correspond à la valeur du paramètre à 75%, c'est-à-dire qu'il y a 75% de probabilité d'obtenir une valeur inférieure au 3^{ème} quantile, ou 25% d'avoir une valeur supérieure. Ces différentes quantités permettent aussi de caractériser la qualité des modèles en comparant les quantiles du modèle et des données. De plus, un tirage aléatoire de 5000 valeurs est mis en place pour chaque paramètre et pour chaque modèle étudié afin d'observer la dispersion des résultats produit par les modèles.

II.4.1 Taux de porosité

Le tableau 30 présente les résultats des valeurs caractéristiques du taux de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + », pour les données et les lois qui les modélisent.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
Taux de porosité (%)	porosité « - »	Données	1,20	1,40	2,20
		Loi Dagum	1,20	1,46	2,40
		Loi LN	1,19	1,46	2,83
	porosité « + »	Données	3,00	4,20	5,40
		Loi LN	3,05	3,76	8,10

Tableau 30 : Valeurs des quantités caractéristiques du taux de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.1.1 Comparaison des deux types de porosités

Les plaques porosité « - » et porosité « + » présentent deux types de porosité présentant un taux différent :

1. La plaque porosité « - » a un taux de porosité moyen de 1,2%, un tiers des échantillons ont un taux de porosité supérieur à 1,4% et 99% des échantillons ont un taux de porosité inférieur à 2,2%.
2. La plaque porosité « + » a un taux de porosité moyen de 3,0%, avec un tiers des échantillons qui ont un taux de porosité supérieur à 4,2% et 99% des échantillons qui ont un taux de porosité inférieur à 5,4%.

La porosité observée sur la plaque porosité « + » est plus importante que pour la plaque porosité - en proportion, mais elle est aussi beaucoup plus dispersée avec une différence de 1,2% entre la valeur moyenne et la valeur du 3^{ème} quantile, contre 0,2% pour la plaque porosité « - »

II.4.1.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les deux modèles donnent des résultats proches des données. Le modèle de Dagum prédit la valeur moyenne identique à celle des données, le 3^{ème} quantile avec une différence de +4,2% et la valeur p=0,99 avec +8,4%. Le modèle Lognormal a des résultats légèrement moins précis avec une différence de -0,9% pour la valeur moyenne, +4,2% pour le 3^{ème} quantile et +22,3% pour la valeur p=0,99. La valeur du taux de porosité à p=0,99 signifie qu'il y a 1% de probabilité que le taux de porosité soit supérieur à cette valeur. La comparaison de cette valeur entre les données et le modèle n'est pas forcément identifiable car les données représentent une quantité finie alors que les lois de probabilité utilisées représentent une quantité infinie en données positives.

Il est donc normal d'obtenir de grandes différences entre la valeur $p=0,99$ des données et des modèles. Par contre cette valeur permet de savoir si un modèle met plus ou moins de poids sur les queues de distribution. Pour le taux de porosité, le modèle Lognormal met plus de poids sur les queues de distribution car sa valeur de $p=0,99$ est supérieur à celle de la loi de Dagum.

Le modèle Lognormal utilisé pour modéliser le taux de porosité de la plaque porosité « + » a des valeurs proches des données avec une différence de +1,7% pour la valeur moyenne, -10,5% pour la valeur du 3^{ème} quantile et +33% pour la valeur à $p=0,99$. L'écart entre le modèle et les données est plus important pour la plaque porosité « + » car les données sont bien plus dispersées. Le modèle représente bien les données malgré ces différences dans les valeurs, il prend bien en compte le côté plus dispersif des données pour la plaque porosité « + ». Il modélise 1% des taux de porosité supérieur à 8,1% ce qui représente bien la dispersion des données.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
Taux de porosité (%)	porosité « - »	Données	0,46	1,20	2,24
		Loi Dagum	0,06	1,20	4,11
		Loi LN	0,29	1,19	4,51
	porosité « + »	Données	1,06	3,00	5,43
		Loi LN	0,49	3,08	14,24

Tableau 31 : Valeurs prédites de taux de porosité par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Pour les deux types de porosités, les modèles ont tendance à sous-estimer les faibles taux de porosité et à surestimer les grands taux de porosités.

Cette tendance se retrouve dans les valeurs prédites par les lois sur un tirage aléatoire de 5000 valeurs, qui sont présentées dans le tableau 31, avec des valeurs taux de porosité minimum de 0,06% et 0,29% pour la plaque porosité « - », et 0,49% pour la plaque porosité « + ». Les valeurs maximums prédites sont de 4,11% et 4,51% pour la plaque porosité « - », et 14,23% pour la plaque porosité « + ». Ces lois peuvent donc modéliser des taux de porosité locaux très différents pour un même taux de porosité global.

II.4.2 Diamètres D des pores

Le tableau 32 présente les résultats des valeurs caractéristiques du diamètre D des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + », pour les données et les modèles.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
D (µm)	porosité « - »	Données	164	212	475
		Loi Fatigue Life	164	208	574
		Loi LN	164	206	578
	porosité « + »	Données	217	268	782
		Loi Burr 4P	217	272	875
		Loi LN	215	271	833

Tableau 32 : Valeurs des quantités caractéristiques du diamètre des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.2.1 Comparaison des deux types de porosités

La différence de porosité entre les deux plaques s'observe au niveau du taux de porosité mais aussi au niveau du diamètre des pores. La plaque porosité « - » présente des pores avec des diamètres moyens de 164 µm contre 217 µm pour la plaque porosité « + ». Cette différence s'observe également sur la valeur du 3^{ème} quantile avec 212 µm pour la plaque porosité « - » et 268 µm pour la plaque porosité « + », et la valeur à p=0,99 avec 475 µm pour la plaque porosité « - » et 782 µm pour la plaque porosité « + ».

L'augmentation du taux de porosité passe donc par l'augmentation du diamètre des pores. La différence entre les valeurs des diamètres des pores des deux plaques est faible pour les petits diamètres mais grande pour les grands diamètres avec un écart de 40% pour la valeur p=0,99.

II.4.2.2 Comparaison des modèles

Les valeurs des données moyennes du diamètre des pores, au 3^{ème} quantile et à p=0,99 pour les deux modèles de plaque porosité « - » sont assez proches des valeurs des échantillons. Pour le diamètre moyen, le modèle Fatigue Life a la même valeur que les données et le modèle Lognormal sous-estime légèrement la valeur de -0,8%. Pour la valeur du 3^{ème} quantile, le modèle Fatigue Life a une différence de 2,3% et le modèle Lognormal 3,2% avec la valeur de la moyenne des données. La différence de valeur pour p=0,99 est de 17,3% pour le modèle Fatigue Life et 17,8% pour la loi LN. Ces différences montrent que les deux modèles mettent plus de poids sur les queues de distribution que sur les valeurs moyennes.

Pour la plaque porosité « + », les modèles sont assez proches des données avec une tendance à minimiser les valeurs pour les données moyennes et à surestimer les valeurs

pour les données aux extrêmes. Pour le diamètre moyen, le modèle Burr 4P a une différence de 21,7% et le modèle Lognormal 21,2% avec la valeur de la moyenne des données.

Pour la valeur du 3^{ème} quantile, le modèle Burr 4P a une différence de 2,4% et le modèle Lognormal 1,0% avec la valeur de la moyenne des données. La différence de valeur pour $p=0,99$ est de 10,7% pour le modèle Burr 4P et 6,2% pour la loi LN. Au vu de ces différences valeurs avec les données échantillons, les deux modèles mettent plus de poids sur les queues de distribution que sur les valeurs moyennes. Contrairement au taux de porosité, le diamètre des pores a été analysé à partir d'une grande quantité de données et représente des valeurs de données élevées et très variables, ce qui explique ces plus grands écarts entre les modèles et les données.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
D (μm)	porosité « - »	Données	23,7	164	733
		Loi Fatigue Life	23	165	1278
		Loi LN	12	163	1154
	porosité « + »	Données	35,4	164	1827
		Loi Burr 4P	35	218	3230
		Loi LN	14	220	2037

Tableau 33 : Valeurs prédites du diamètre des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Ces écarts se retrouvent dans les valeurs prédites par les lois sur un tirage aléatoire de 5000 valeurs, visibles dans le tableau 33, avec des diamètres minimums de 23 μm et 12 μm pour la plaque porosité « - », et 35,0 μm et 14 μm pour la plaque porosité « + ». Pour la plaque porosité « - », les valeurs des diamètres maximums prédis sont de 1278 μm et 1154 μm , et pour la plaque porosité « + », les valeurs des diamètres maximums prédis sont de 3230,1 μm et 2037,8 μm . Les modèles peuvent donc modéliser des pores assez importants avec même des pores avec des diamètres plus grand que l'épaisseur des éprouvettes, ce qui n'est pas réaliste.

II.4.3 Longueur l des pores

Les valeurs caractéristiques de la longueur des pores sont présentées dans le tableau 34.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
l (µm)	porosité « - »	Données	1019	1103	5417
		Loi Weibull (3P)	1002	1364	8201
		Loi Fatigue Life (3P)	1093	1174	7490
		Loi LN	1143	1176	8314
	porosité « + »	Données	1512	2355	5584
		Loi Fatigue Life (3P)	1497	1891	8428
		Loi LN	1577	1870	9937

Tableau 34 : Valeurs des quantités caractéristiques de la longueur des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.3.1 Comparaison des deux types de porosité

La porosité de la plaque « - », à 1,2% de porosité, a des pores allongés dans le sens des fibres avec une longueur moyenne de 1019 µm. Les trois quarts des données sont inférieurs à 1103 µm ce qui est proche de la moyenne et 1% des données sont supérieurs à 5417 µm.

Les pores de la plaque porosité « + » ont des longueurs légèrement supérieures que ceux de la plaque porosité « - » avec une moyenne de 1512 µm. Les pores avec des grandes longueurs sont beaucoup plus présents dans la plaque porosité « + » avec 25% des pores qui ont des longueurs supérieures à 2355 µm. Cependant les valeurs maximales des longueurs des pores sont équivalentes pour les deux plaques avec 1% de pores qui ont des longueurs supérieures à 5584 µm.

II.4.3.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les modèles ont des résultats assez proches à ceux des données pour la longueur des pores. Au niveau de la moyenne, le modèle Weibull (3P) surestime la valeur avec une différence de +11,2%, le modèle Fatigue Life (3P) est très proche avec une différence de -0,6% et Lognormal surestime légèrement la valeur avec une différence de +4,5%.

Pour le 3^{ème} quantile, les modèles surestiment plus ou moins la valeur avec une différence de +19,2% pour le modèle Weibull (3P), +6,1% pour le modèle Fatigue Life (3P) et +6,3% pour le modèle Lognormal. Pour les valeurs extrêmes à p=0,99, les modèles surestiment beaucoup les données ce qui est dû au grand nombre de données, la valeur importante prises par ces données et leur grande variabilité.

Les lois qui modélisent la longueur des pores pour la plaque porosité « + » donnent des résultats assez proches, comme la plaque porosité « - », mais elles ont plus une tendance à sous-estimer les valeurs au niveau du 3^{ème} quantile.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
l (µm)	porosité « - »	Loi Fatigue Life (3P)	95	1016	29702
		Loi Weibull (3P)	90	1121	18774
		Loi LN	6	1115	64634
	porosité « + »	Loi Fatigue Life (3P)	99	1526	16807
		Loi LN	30	1578	36941

Tableau 35 : Valeurs prédites de la longueur des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Les valeurs prédites par les lois avec un tirage aléatoire de 5000 valeurs, énumérées dans le tableau 35, confirment la surestimation des valeurs extrêmes avec des longueurs maximums de 18774, 29702 et 64634 µm pour la plaque porosité « - ».

Pour la plaque porosité « + », les longueurs maximums des pores sont de 16807 et 36941 µm. Les modèles peuvent donc créer des valeurs de longueurs de pores supérieur à la longueur des échantillons ce qui n'est pas aberrant physiquement car les longueurs sont dans l'ordre de grandeur des dimensions des plaques mises en œuvre.

II.4.4 Rapport R des diamètres des pores

Les valeurs caractéristiques des données et des modèles du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - » et porosité « + » sont énumérés dans le tableau 36.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
R	porosité « - »	Données	1,65	1,97	3,65
		Loi Dagum	1,66	1,92	4,12
		Loi Fréchet 3P	1,65	1,95	3,71
		Loi LN	1,65	1,97	3,50
	porosité « + »	Données	1,78	2,10	5,57
		Loi Dagum	1,79	2,10	4,85
		Loi Burr 4P	1,78	2,12	4,63
		Loi LN	1,78	2,16	4,29

Tableau 36 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.4.1 Comparaison des deux types de porosités

La porosité observée sur la plaque porosité « - » à 1,2% de taux de porosité présente des pores avec un rapport de diamètre assez variable avec un rapport moyen de 1,65 soit une forme plutôt ellipsoïdale jusqu'à des rapports pouvant atteindre des valeurs supérieures à 3,65 soit des formes ellipsoïdales très étirées. Cette tendance à avoir des pores

ellipsoïdaux est encore plus accentuée avec la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité avec des rapports de diamètres pouvant atteindre 5. L'augmentation du taux de porosité accentue donc la tendance des pores à s'étirer en ellipse.

II.4.4.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité, les 3 modèles ont des résultats équivalents aux données sur le rapport des diamètres. Les valeurs des 3 modèles à la moyenne sont équivalentes à la valeur des données. Le modèle de Dagum a un écart de -2.6% pour le 3^{ème} quantile et +11,5% pour la valeur à $p=0,99$, et va donc avoir tendance à surestimer les rapports en queue de distribution. Le modèle de Fréchet à 3 paramètres a des écarts -1,1% pour le 3^{ème} quantile et -1,7% pour la valeur à $p=0,99$, et va avoir tendance à légèrement sous-estimer les rapports de diamètre.

Le modèle Lognormal a un écart -4,2% pour la valeur à $p=0,99$ et a une valeur identique pour le 3^{ème} quantile, et va donc légèrement sous-estimer les rapports des diamètres. Les lois modélisant la plaque porosité « + » ont des résultats proches des données avec de faibles écarts particulièrement pour la valeur moyenne où les 3 modèles ont des valeurs identiques à celle des données. La loi de Dagum montre une différence -13,0% pour la valeur à $p=0,99$ et a une valeur identique pour le 3^{ème} quantile. La loi de Burr à 4 paramètres a des écarts +1% pour le 3^{ème} quantile et -16,9% pour la valeur à $p=0,99$. Le modèle Lognormal a des écarts de +2,8% pour le 3^{ème} quantile et -23% pour le $p=0,99$. Ces 3 modèles vont donc avoir tendance à sous-estimer les queues de distribution, à savoir les grands rapports R de diamètres réalisant des formes ellipsoïdales très étirées.

Le tirage aléatoire de 5000 valeurs pour les 3 lois, visible dans le tableau 37, montrent des valeurs extrêmes très élevées avec des rapports de diamètres de 7,36, 11,43 et 7,39 pour la plaque porosité « - », et 10,18, 7,74 et 6,84 pour la plaque porosité « + ».

Ces rapports élevés des diamètres tirés aléatoirement n'ont pas été observés sur les échantillons mais cela ne signifie pas forcément que les résultats ne sont pas réalistes.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
R	porosité « - »	Loi Dagum	0,39	1,67	7,36
		Liu Fréchet 3P	0,52	1,64	11,43
		Loi LN	0,44	1,64	7,39
	porosité « + »	Loi Dagum	0,19	1,75	10,18
		Loi Burr 4P	0,51	1,77	7,74
		Loi LN	0,32	1,78	6,84

Tableau 37 : Valeurs prédites du rapport des diamètres des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

II.4.5 Nombre de pores par échantillon

Le tableau 38 présente les résultats des valeurs caractéristiques, à savoir la moyenne, le 3^{ème} quantile et la valeur à p=0,99 pour le paramètre du nombre de pores par échantillon de 400 mm².

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
Nombre de pores	porosité « - »	Données	41	55	65
		Loi Uniforme discrète	41	55	66
		Loi Binomiale négative	38	45	74
	porosité « + »	Données	89	100	123
		Loi Uniforme discrète	89	108	127
		Loi Binomiale négative	86	99	140

Tableau 38 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport du nombre de pores par échantillon de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.5.1 Comparaison des deux types de porosité

Pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité moyenne, le nombre de pores par échantillon varie assez avec 41 pores par échantillon en moyenne et 1% des échantillons qui ont un nombre de pores supérieur à 65. Le nombre de pores par échantillon varie de la même façon pour la plaque porosité « + » avec une valeur moyenne de 88 pores par échantillon et 1% des échantillons qui ont un nombre de pores supérieur à 123. L'augmentation du taux de porosité induit donc, en plus de l'augmentation du diamètre des pores, une augmentation du nombre de pores.

II.4.5.2 Comparaison des modèles

Les lois sélectionnées pour modéliser le nombre de pores par échantillon donnent de bons résultats pour les valeurs caractéristiques vis-à-vis des données.

Pour la plaque porosité « - », les 2 modèles sont proches des données sachant que la loi Uniforme discrète est plus précise que la loi Binomiale négative. Pour la moyenne et le 3^{ème} quantile, la loi Uniforme prédit les mêmes valeurs que les données alors que la loi Binomiale sous-estime la valeur avec -7,4% pour la moyenne et -18,2%. Pour la valeur à p=0,99, les deux modèles surestiment la valeur avec +1,6% pour la loi Uniforme et +12,2% pour la loi Binomiale.

Pour la plaque porosité « + », les valeurs de la moyenne, du 3^{ème} quantile et à p=0,99 obtenues par les modèles sont proches de celles des données sachant que comme pour la

plaque porosité -, la loi Uniforme est plus proche que la loi Binomiale. Pour la moyenne, la loi Uniforme prédit la même valeur que les données alors que la loi Binomiale sous-estime de – 3,4%. Pour le 3^{ème} quantile, la loi Uniforme surestime la valeur de +7,5% alors que la loi Binomiale sous-estime de -1%. Pour la valeur à p=0,99, la loi Uniforme surestime légèrement la valeur de +3,2% et la loi Binomiale surestime de +12,2%.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
Nombre de pores	porosité « - »	Loi Uniforme discrète	19	41	63
		Loi Binomiale négative	5	38	98
	porosité « + »	Loi Uniforme discrète	51	89	127
		Loi Binomiale négative	32	85	176

Tableau 39 : Valeurs prédites du nombre de pores par échantillon par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Le tirage aléatoire de 5000 valeurs du nombre de pores par échantillons, dont les résultats sont visibles dans le tableau 39, montre que les modèles donnent des résultats réalistes de même ordre de grandeur, mais le modèle Uniforme discret est moins dispersif que le modèle Binomiale négatif.

II.4.6 Distance L entre les pores

Les valeurs caractéristiques des données et des modèles de la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - » et porosité « + » sont énumérés dans le tableau 40.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
L (µm)	porosité « - »	Données	783	1054	2686
		Loi Gamma 3P	784	1061	2929
		Loi LN	807	1001	3990
	porosité « + »	Données	382	499	1597
		Loi Fatigue Life	382	491	1374
		Loi LN	387	486	1459

Tableau 40 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport de la distance entre les pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.6.1 Comparaison des deux types de porosité

Les deux types de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + » ont des distances entre pores bien différentes avec des espaces plus importants entre les pores pour la plaque porosité « + ». La plaque porosité « - » a une distance moyenne entre pores de 783 µm alors que la plaque porosité « + » a une distance moyenne de 382 µm soit 2 fois moins. Cette différence se retrouve aussi sur la valeur du 3^{ème} quantile et sur la valeur à p=0,99.

L'augmentation du nombre de pores entraîne naturellement la diminution de la distance entre eux.

II.4.6.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les deux modèles ont des résultats plus ou moins proches par rapport aux données en fonction de la valeur observée. Pour la valeur moyenne, la loi Gamma 3P a un écart de -21% et la loi Lognormal -20%. Pour la valeur du 3^{ème} quantile, la loi Gamma 3P a un écart de +0,7% et la loi Lognormal -5,1%. Pour la valeur à $p=0,99$, la loi Gamma 3P a un écart de +8,3% et +32,7% pour la loi Lognormal. Les deux modèles ont tendance à sous-estimer les valeurs moyennes des distances L entre les pores alors qu'ils surestiment les grandes valeurs de L .

Encore une fois cet écart important avec les queues de distribution est dû au grand nombre de données et à leur grande valeur.

Pour la plaque porosité « + », la tendance est légèrement différente avec toujours une sous-estimation des distances moyennes avec des écarts de -20% pour la loi Fatigue Life et -18,6% pour la loi Lognormal. Par contre, pour les grandes distances L entre pores, les deux modèles sous-estiment aussi les distances avec un écart de -1,7% sur la valeur du 3^{ème} quantile et -14% sur la valeur à $p=0,99$ pour la loi Fatigue Life, et un écart de -2,7% au 3^{ème} quantile et -8,7% sur la valeur à $p=0,99$ pour la loi Lognormal.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
L (μm)	porosité -	Loi Gamma 3P	45	773	4833
		Loi LN	30	796	10926
	porosité +	Loi Fatigue Life	35	387	2503
		Loi LN	32	380	3040

Tableau 41 : Valeurs prédites de la distance entre les pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Le tableau 41 présente les valeurs caractéristiques du tirage aléatoire de chaque modèle. Les résultats sont réalistes vis-à-vis des données et des observations avec des distances minimums de 45 et 30 μm et des distances maximums de 4833 et 10926 μm pour la plaque porosité « - ». Pour la plaque porosité « + », les distances minimums sont de 35 et 32 μm , et les distances maximums sont de 2503 et 3040. Ces résultats montrent que le modèle Lognormal est plus dispersif que le modèle de Gamma 3P et Fatigue Life.

II.5 Conclusion sur la caractérisation probabiliste de la porosité

Pour étudier le défaut de porosité dans un composite stratifié, 2 types de plaques ont été mises en œuvre avec des paramètres différents, à savoir la température de cuisson et le

temps de cuisson. La première plaque appelée porosité « + » a un taux de porosité supérieur à la deuxième plaque porosité « - ».

La différence de porosité entre la plaque porosité « - » et porosité « + » est non seulement sur le taux de porosité, mais aussi sur le nombre de pores, leur forme, leurs dimensions et leur répartition spatiale. Après avoir caractérisé le taux de porosité de 16 échantillons de chaque plaque et les dimensions des pores observés, les résultats sont traités pour observer la variabilité de chaque paramètre. La variabilité du taux de porosité, du nombre de pores par échantillon, de la longueur l des pores, du diamètre D des pores, du rapport R des diamètres et de la distance L entre les pores est identifiée par une ou plusieurs lois de distribution pour pouvoir modéliser les données par la suite. Le choix des modèles est fait à l'aide de 3 tests statistiques : le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test du Khi-deux. Les différentes lois sont définies par des paramètres qui sont ajustés avec la méthode du maximum de vraisemblance.

La loi Lognormal permet de modéliser l'ensemble des données continues observées sur des porosités : taux de porosité, diamètre,... Cette loi offre le mérite d'être bornée positivement et de pouvoir ainsi représenter proprement les données physiques liées aux porosités. Par ailleurs, c'est une loi de probabilité simple, dérivée de la loi normale, et présente dans tout logiciel de calcul scientifique, contrairement à des lois plus « exotiques » comme les lois de Dagum ou Burr.

Les plaques porosité « - » et porosité « + » présentent deux porosités différentes pour le même matériau en raison des paramètres de mise en œuvre différents. La première plaque a un taux de porosité de 1,2% avec des pores bien dispersés, la seconde a un taux de porosité de 3,0% avec des pores bien dispersés mais avec des diamètres D de pores plus élevés conduisant à des formes ellipsoïdales très étirées contrairement à la plaque porosité « - » où les pores sont peu étirés. Ainsi la plaque porosité « + » a des pores plus grands en forme et en dimensions, que ce soit en valeur moyenne ou en distribution. De plus, les pores de la plaque porosité « + » sont plus grands mais aussi plus nombreux. Le fait que les pores soient plus nombreux et plus grands doit faciliter l'amorçage de fissures. Enfin, la distance L entre deux pores est plus petite pour la plaque porosité « + » que pour la plaque porosité « - » ce qui est en accord avec le fait que la plaque porosité « + » a plus de pores et a des pores avec de plus grands diamètres. De plus, une petite distance L entre deux pores pourrait proposer des chemins de propagation de fissure. Ces différences entre les pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » font que la porosité globale des deux plaques est différente. Le taux de porosité est donc différent entre les 2 plaques à l'échelle globale mais aussi à l'échelle locale avec une variation du taux de porosité plus élevées pour la plaque porosité « + » que pour la plaque porosité « - ».

La porosité de la plaque porosité « + » devrait avoir un effet bien plus impactant sur le comportement mécanique du matériau que la porosité de la plaque porosité « - », du fait du taux de porosité, mais aussi des dimensions, de la forme et de la répartition des pores.

Les lois appliquées à chaque paramètre montrent des résultats plus ou moins réalistes, avec une dispersion très élevée ce qui correspond à la variabilité observée expérimentalement.

II.6 Générateur aléatoire de porosité

Les observations expérimentales précédentes peuvent permettre la mise en place de modèles permettant de mieux comprendre le rôle de cette porosité sur le comportement mécanique par exemple. Ainsi, afin d'observer le fonctionnement et les possibilités de porosité modélisée numériquement, un générateur aléatoire de porosité est mis en place.

II.6.1 Création du générateur

Le générateur de porosité aléatoire est développé numériquement à l'aide du logiciel de calcul Matlab. Le développement du script a été commencé par Y. Tampango de l'IRT Jules Verne et a été modifié par la suite. Le script et ses sous-scripts sont visibles dans les annexes. Le fonctionnement du script est défini par deux paramètres d'entrée : le taux de porosité (taux_poro) et le côté du carré modélisé (L). Le script crée un pore, en forme d'ellipse, en le définissant avec une position, un diamètre et un rapport des diamètres. Une fois le pore créé, le script calcule le taux de porosité ; si le taux de porosité calculé est inférieur à celui donné en entrée, le script crée un deuxième pore en vérifiant que celui-ci ne rentre pas en collision avec les autres pores déjà modélisés. Ce script prend donc uniquement la variabilité du diamètre des pores et du rapport des pores. Par la suite, le script devrait prendre en compte la variabilité du reste des paramètres étudiés précédemment, à savoir le nombre de pores, la distance entre les pores et le taux de porosité. Il faudrait aussi éliminer les pores avec un diamètre inférieur à une certaine valeur. Enfin, ce script modélise une porosité 2D dans le sens transversal mais avec les données des longueurs des pores, il est possible de faire un générateur 3D de pores mais sa mise en place est trop longue pour être étudiée.

II.6.2 Comparaison résultats modèle avec résultats expérimentaux

La figure 74 représente 4 exemples de porosité modélisée avec le script pour un taux de porosité de 1,2%. Les 4 cas présentent une porosité différente que ce soit en termes de nombre de pores, de dimension des pores ou de la dispersion spatiale de ceux-ci. La figure 75 illustre 4 exemples de porosité modélisée par le script pour un taux de porosité de 3,0%.

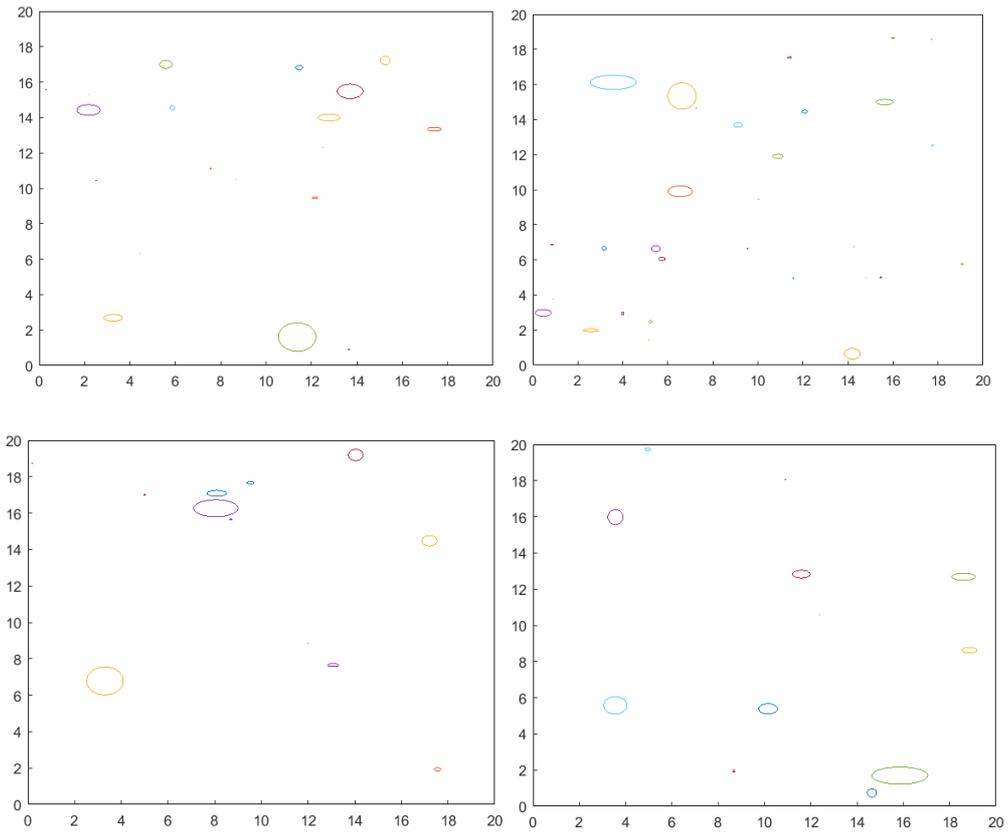


Figure 74 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 1,2%

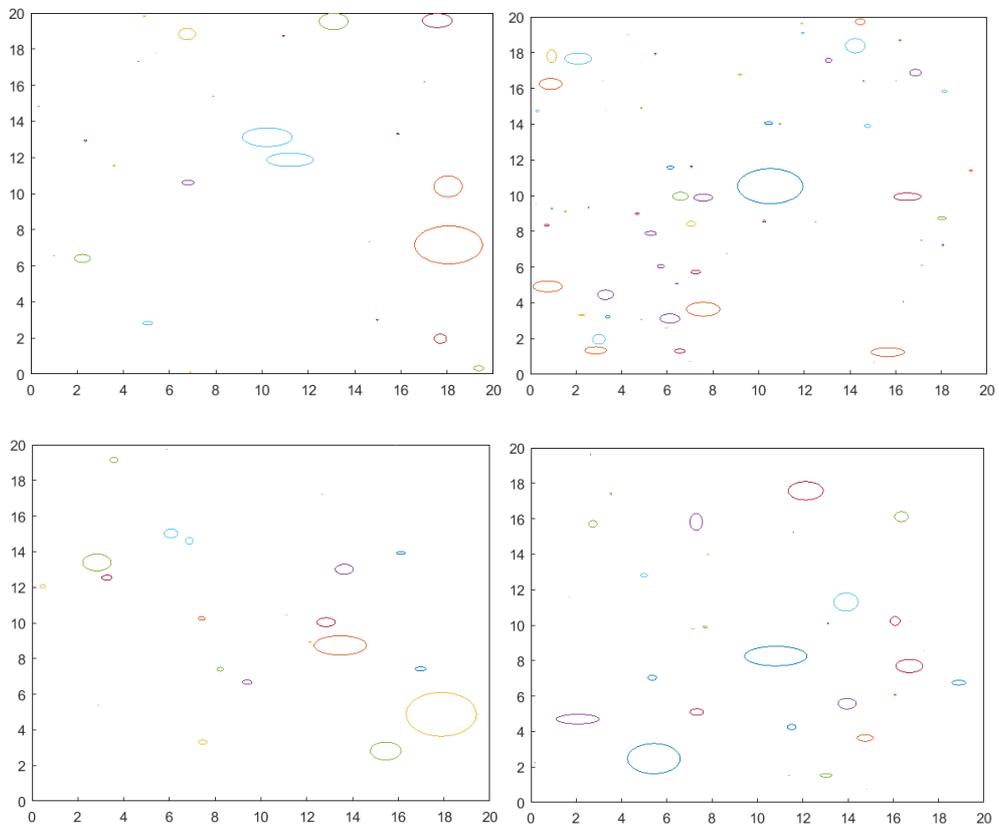


Figure 75 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 3,0%

Tout comme pour le taux de porosité de 1,2%, les 4 cas ont une porosité modélisée différente que ce soit en dimensions de pores, en dispersion spatiale de ceux-ci ou leur nombre. La comparaison entre les 4 cas à 1,2% de porosité et les 4 cas à 3,0% de porosité permet de confirmer que les modèles rentrés dans le script prennent bien en compte le fait que l'augmentation du taux de porosité passe par l'augmentation du nombre de pores et de leurs dimensions

III. Etude des plissements

Pour étudier l'influence d'un plissement sur le comportement mécanique d'un composite stratifié, un protocole de mise en œuvre et de caractérisation a été mis en place.

III.1 Plaques étudiées

III.1.1 Matériau utilisé

Le matériau étudié est le même que pour l'étude des porosités afin de se baser sur le même matériau sain. Le matériau utilisé est donc un stratifié pré-preg verre/epoxy GUBD 2306 de Krempel Group©. Le pré-preg est un tissu pré-imprégné de résine qui se met en forme en température. Le tissu a une épaisseur de 0,2 mm.

III.1.2 Objectif de plissement à étudier

Afin d'observer l'influence des plissements sur le comportement mécanique, deux types de plissements ont été mis en œuvre avec des dimensions différentes. Le plissement étant défini par 3 paramètres à savoir :

- la longueur du plissement λ ;
- la hauteur δ ;
- l'angle de désalignement maximum θ_{max} ,

Sachant que l'angle de désalignement dépend des deux premiers paramètres, seulement deux plissements avec deux longueurs différentes et deux hauteurs différentes sont sélectionnés en fonction des données fournies par Adwen. L'entreprise a fourni des données sur les pièces finales de 80 mm d'épaisseur. Les paramètres des plissements à l'échelle de l'éprouvette sont donc obtenus par une conversion d'échelle présentée sur le tableau 42 :

Paramètres	Pièce finale	Eprouvette
Longueur de plissement λ	$10 \text{ mm} < \lambda < 150 \text{ mm}$	$\lambda_1 = 5,2 \text{ mm}$ $\lambda_2 = 7,8 \text{ mm}$
Hauteur de plissement δ	$2 \text{ mm} < \delta < 20 \text{ mm}$	$\delta_1 = 0,26 \text{ mm}$ $\delta_2 = 0,52 \text{ mm}$

Tableau 42 : Détermination des valeurs des paramètres caractéristiques des plissements

La valeur des paramètres est choisie en fonction des données Adwen mais aussi des possibilités de mise en œuvre. En effet il est très difficile de reproduire un plissement expérimentalement, de façon reproductible d'une plaque à une autre.

III.1.3 Procédé de mise en forme

Il existe plusieurs techniques pour créer expérimentalement un plissement mais il n'en existe qu'une seule qui permet de reproduire le même type de défaut sur plusieurs plaques pour une stratifié préreg avec une bonne répétabilité.

La mise en œuvre des plaques stratifiées avec un plissement se fait à l'aide d'une bande transversale placée au niveau souhaité de l'empilement. La bande transversale se fait avec le tissu préreg lui-même et son placement est illustré sur la figure 76.

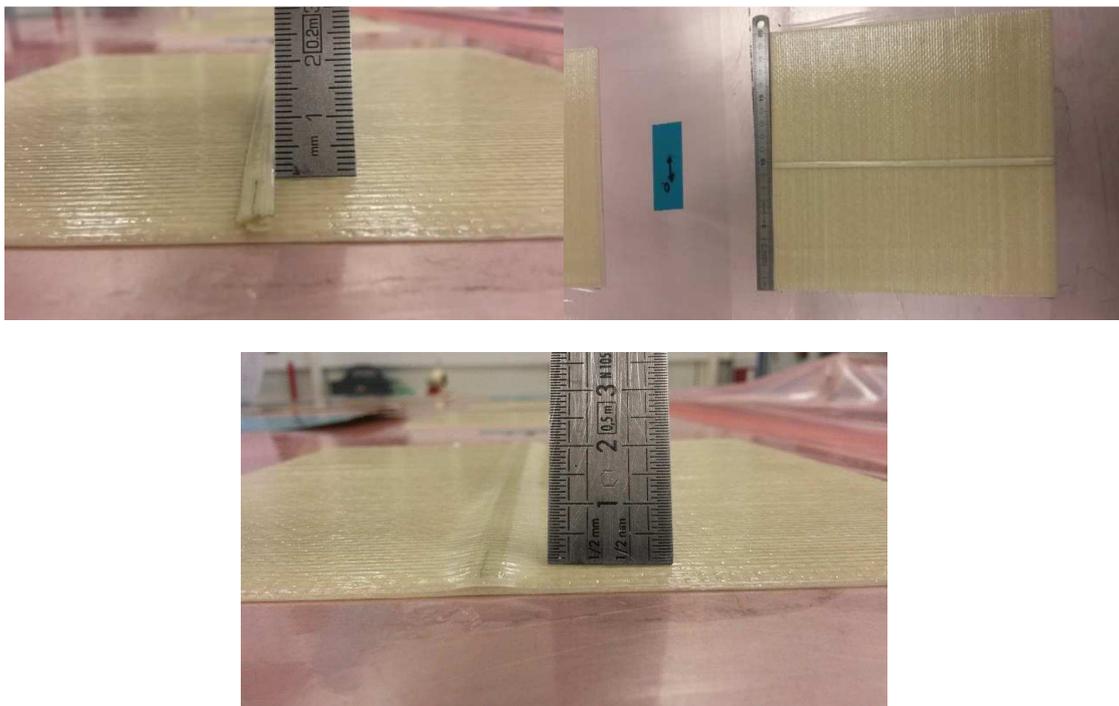


Figure 76 : Placement de la bande transversale pour créer un plissement

III.1.4 Plaques finales

Les plaques avec plissement réalisées en étuve présentent des défauts conformes aux attentes avec un plissement qui forme une courbe en sinus. Un exemple de plissement est illustré sur la figure 77. Le plissement est facilement visible car les fibres qui composent la bande sont dans le sens transversal et ressortent sous forme de cercle. Comme illustré sur la figure 77, les plissements présentent des macro-pores sur les côtés de la face supérieure des plissements. Ces macro-pores se forment car le procédé de mise en forme est le procédé sous étuve. Le taux de porosité sur le pourtour du plissement est caractérisé lors de l'analyse d'image afin de quantifier la porosité qui pourrait interférer dans les essais mécaniques.

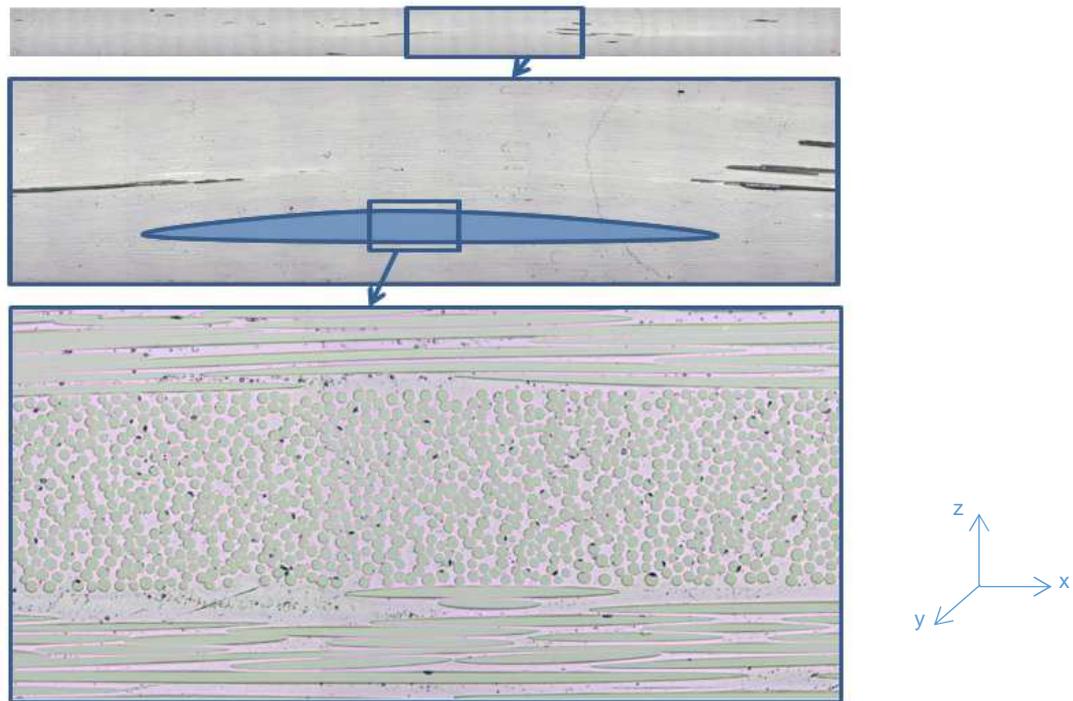


Figure 77 : Coupe micrographique longitudinale d'un plissement

Pour savoir si l'influence de la porosité sera supérieure à celle du plissement, des plaques sous infusion avec fibres sèches sont mises en œuvre car ce procédé élimine la possibilité d'avoir des macro-pores. Ce sera plus difficile dans le cas où La figure 78 présente la coupe micrographique longitudinale d'un plissement mis en forme sous étuve. Il est bien dépourvu de macro-pores comme le montre la photographie micrographie ci-dessous. Il est possible de faire cette étude car celle-ci ne sera pas prise en compte dans l'étude numérique du projet.



Figure 78 : Coupe micrographique longitudinale d'un plissement sous infusion

III.2 Analyses d'image par microscopie optique

Pour chaque échantillon, les paramètres caractéristiques du plissement, à savoir sa longueur λ et sa hauteur δ , la hauteur des plis déformés h et le taux de porosité P % sur le pourtour du plissement sont analysés par images micrographiques.

Le plissement appliqué étant un défaut artificiel avec l'ajout d'une bande transversale, l'analyse se fait sur 10 échantillons car les variations des paramètres sont faibles sauf pour le taux de porosité qui est caractérisé sur 4 échantillons du fait de la largeur des plaques.

III.2.1 Plissement 1

Le plissement numéroté 1 est le plus petit plissement avec une longueur théorique de 5,2 mm et une hauteur théorique de 0,26 mm. Les résultats sont énumérés dans les tableaux 43 et 44 et deux coupes micrographiques longitudinale et transversale d'un échantillon de ce plissement sont visibles sur les figures 79 et 80. La figure 80 de la coupe transversale montre bien les macro-pores le long du plissement, qui sont nombreux et de tailles plus ou moins variables.



Figure 79 : Coupe micrographique longitudinale d'un échantillon du plissement 1



Figure 80 : Coupe micrographique transversale d'un échantillon du plissement 1 au niveau du bord du plissement

Les valeurs des paramètres caractéristiques, à savoir la longueur et la hauteur de plissement, sont proches des valeurs théoriques souhaitées à l'échelle de l'éprouvette, énumérées dans le tableau 38 avec 6,09 μm de longueur moyenne et 2,8 μm de hauteur moyenne. Les variations pour ces paramètres sont assez faibles avec seulement 4% de coefficient de variation pour les 2 paramètres. Le 3^{ème} paramètre caractéristique est la hauteur des plis déformés avec une moyenne de 2,1 μm soit une diminution de 27% par rapport à la hauteur du plissement ce qui signifie que l'angle de désalignement maximum des fibres diminue plus les plis sont proches de la surface. Le taux de porosité observé sur les bords du plissement est de 1,4% en moyenne.

Paramètre	Longueur de plissement λ	Hauteur du plissement δ	Hauteur des plis déformés h
1	5932,9	290,3	201,1
2	5800,5	271,4	178,4
3	6134,7	268,0	196,1
4	6292,2	277,2	217,3
5	6165,5	285,4	206,8
6	6464,2	285,2	231,4
7	5633,1	287,6	242,1
8	6179,6	308,0	192,7
9	6030,4	279,4	212,1
10	622,7	291,9	221,0
Moyenne	6085,6	284,4	209,9
<i>Ecart-type</i>	243,8	11,4	19,0
COV	0,0401	0,042	0,091

Tableau 43 : Valeurs des paramètres caractéristiques du plissement 1

Echantillon	1	2	3	4	Moyenne	Ecart-type	COV
Taux de porosité P%	1,367	1,268	1,487	1,398	1,380	0,090	0,090

Tableau 44 : Taux de porosité sur les bords du plissement 1

III.2.2 Plissement 2

Le plissement 2 est le plus grand des 2 plissements avec une longueur de plissement souhaité de 7,8 mm et une hauteur de 0,52 mm. Ces deux paramètres sont caractérisés sur 10 échantillons afin d'observer leur variation. Les résultats sont visibles dans le tableau 46 ainsi que la hauteur des plis déformés par rapport à la surface. Deux exemples de coupes micrographiques, une longitudinale et l'autre transversale, sont présentés en figure 81 et 82. La porosité autour du plissement est illustrée sur la figure 40.



Figure 81 : Coupe micrographique longitudinale du plissement 2



Figure 82 : Coupe micrographique transversale d'un des bords du plissement

La longueur du plissement observé, à savoir 9,07 mm est légèrement supérieure à la valeur souhaitée de 7,8 mm alors que la hauteur observée, à savoir 5,1 mm, est légèrement inférieure à la valeur souhaitée de 0,52 mm. Le plissement 2 a la même tendance que le plissement 1 à avoir des plis de moins en moins déformés en remontant vers la surface de l'échantillon avec une hauteur de plis déformés par rapport à la surface de 3,96 μm soit une diminution de 23%. La porosité observée sur le pourtour du plissement a un taux de porosité moyenne de 2,1%.

Le travail d'analyse et de modélisation statistique avancé sur les porosités pourrait être, de même, appliqué sur les paramètres mesurés sur les plissements. Ces analyses ne sont pas ici présentées pour limiter la taille de ce manuscrit.

Echantillon	1	2	3	4	Moyenne	Ecart-type	COV
Taux de porosité P%	1,948	1,645	2,072	2,682	2,087	0,435	0,209

Tableau 45 : Taux de porosité sur les bords du plissement 2

Paramètre	Longueur de plissement λ	Hauteur du plissement δ	Hauteur des plis déformés h
1	8949,0	484,9	388,1
2	9621,3	506,4	389,1
3	9268,9	523,3	397,1
4	8979,3	533,6	397,5
5	8834,3	522,1	464,2
6	9041,4	516,1	364,3
7	9563,3	505,2	422,3
8	8592,7	504,6	380,5
9	9111,9	507,6	378,2
10	8795,9	493,6	376,4
Moyenne	9075,8	509,9	395,7
<i>Ecart-type</i>	<i>328,4</i>	<i>14,7</i>	<i>28,7</i>
COV	0,0366	0,0288	0,0724

Tableau 46 : Valeurs des paramètres caractéristiques du plissement 2

IV. Conclusion

Dans le but d'étudier l'influence du taux de porosité et d'un plissement, différentes plaques en composite stratifié sont mises en œuvre avec différents procédés et paramètres de fabrication. Il résulte de cette campagne 5 types de composite stratifié avec et sans défauts :

- Composite stratifié sain,
- Composite stratifié avec 1,2% de porosité → Plaque porosité « - »,
- Composite stratifié avec 3,0% de porosité → Plaque porosité « + »,
- Composite stratifié avec un petit plissement → Plaque plissement 1,
- Composite stratifié avec un grand plissement → Plaque plissement 2.

A travers une campagne expérimentale de caractérisation par analyse d'images par microscopie optique, le défaut de porosité est analysé afin de connaître sa variabilité.

Pour cela, les paramètres de la porosité, à savoir, le diamètre des pores, le rapport des diamètres des pores, la longueur des pores, la distance entre les pores, le nombre de pores par échantillon et le taux de porosité, sont caractérisés et analysés de manière probabiliste en les modélisant avec des lois de distribution.

Le choix du modèle se fait selon un protocole qui identifie les modèles et les compare à l'aide de 3 tests statistiques : le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test de Khi-deux.

Une fois les modèles choisis pour chaque paramètre et leurs paramètres identifiés, ils sont comparés aux données avec une analyse statistique de plusieurs paramètres qui caractérisent la variabilité d'un jeu de données, à savoir la moyenne, le 3^{ème} quantile et la valeur à $p=0,99$. Le défaut de porosité présente beaucoup de variabilité que ce soit dans la dimension des pores ou dans leur répartition spatiale.

Le défaut de plissement et ses paramètres caractéristiques, à savoir la longueur du plissement, la hauteur de plissement et la hauteur de plis déformés par rapport à la surface, sont caractérisés par analyse d'images par microscopie optique. Il présente beaucoup moins de variabilité que le défaut de porosité. Les plaques saines et avec défauts sont alors caractérisés mécaniquement afin d'observer l'influence de ces deux défauts.

Bibliographie

- [1] Airbus, «Test Method for Determining the Pore Content of Fiber Reinforced Plastics using Automatic Image Analysis».
- [2] D. Leguillon, D. Quesada, C. Putot et E. Martin, «Prediction of crack initiation at blunt notches and cavities - size effects,» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 74, pp. 2420-2436, 2007.
- [3] G. Saporta, «Probabilités, Analyse des données et Statistique,» Editions Technip, 2006.
- [4] N. Smirnov, «Table for estimating the goodness of fit of empirical distributions,» *Annals of Mathematical Statistics*, vol. 19, pp. 279-281, 1948.
- [5] T. W. Anderson et D. A. Darling, «Asymptotic Theory of Certain "Goodness of Fit" Criteria Based on Stochastic,» *Annals of Mathematical Statistics*, vol. 23, n° 12, pp. 193-212, 1952.
- [6] J. Aldrich, «R. A. Fisher and the making of maximum likelihood 1912-1922,» *Statistical Science*, vol. 12, n° 13, pp. 162-176, 1997.
- [7] S. Stigler, «Karl Pearson's theoretical errors and the advances they inspired,» *Statistical Science*, n° 123, pp. 261-271, 2008.

Table des figures

Figure 43 : Ouverture de l'image.....	66
Figure 44 : Définition de l'échelle	66
Figure 45 : Seuillage.....	67
Figure 46 : Calcul du nombre de particules sélectionnées	67
Figure 47 : Calcul.....	68
Figure 48 : Diamètres D et d des pores (à gauche) et distance L entre les pores (à droite)	68
Figure 49 : Schéma des 3 paramètres d'un plissement.....	68
Figure 50 : Mesure de l'angle de désalignement.....	68
Figure 51 : Mesure de l'amplitude du plissement (représenté en rouge)	69
Figure 52 : Mesure de la période (ou longueur) du plissement.....	69

Figure 53 : Contrainte à l'amorçage d'une rupture en fonction du diamètre d'un trou dans une plaque avec les valeurs calculées en ligne noir et les valeurs expérimentales [2].....	70
Figure 54 : Schéma du procédé pré-imprégné sous presse	71
Figure 55 : Schéma du procédé pré-imprégné sous étuve	72
Figure 56 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse.....	72
Figure 57 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse.....	73
Figure 58 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C	73
Figure 59 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C	74
Figure 60 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C	74
Figure 61 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C	75
Figure 62 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité.....	80
Figure 63 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité	83
Figure 64 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité superposé avec la loi lognormal et fatigue life.	85
Figure 65 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité	86
Figure 66: Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité.....	89
Figure 67 : Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité	90
Figure 68 : Histogramme des fréquences relatives du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité.....	92
Figure 69 : Histogramme des fréquences du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité	93
Figure 70 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité	95
Figure 71 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité	97

Figure 72 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité	98
Figure 73 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité	100
Figure 74 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 1,2%	113
Figure 75 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 3,0%	113
Figure 76 : Placement de la bande transverse pour créer un plissement	115
Figure 77 : Coupe micrographique longitudinal d'un plissement.....	116
Figure 78 : Coupe micrographique longitudinale d'un plissement sous infusion.....	116
Figure 79 : Coupe micrographique longitudinal d'un échantillon du plissement 1	117
Figure 80 : Coupe micrographique transversale d'un échantillon du plissement 1 au niveau du bord du plissement.....	117
Figure 81 : Coupe micrographique longitudinale du plissement 2	118
Figure 82 : Coupe micrographique transversale d'un des bords du plissement.....	118
Tableau 5 : Taux de porosité pour les échantillons de la plaque IN1250/porosité « + » et IN1242/porosité « - »	79
Tableau 6 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité -.....	80
Tableau 7 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « - ».....	82
Tableau 8 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité « + ».....	82
Tableau 9 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « + »	84
Tableau 10 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - ».....	84
Tableau 11 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - »	86
Tableau 12 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »	87
Tableau 13 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »	87

Tableau 14 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « - »	88
Tableau 15 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « - »	88
Tableau 16 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »	90
Tableau 17 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »	90
Tableau 18 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - »	91
Tableau 19 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - »	92
Tableau 20 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »	94
Tableau 21 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »	94
Tableau 22 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - »	95
Tableau 23 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité -	96
Tableau 24 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + »	97
Tableau 25 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité « + »	97
Tableau 26 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « - »	98
Tableau 27 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - »	99
Tableau 28 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « + »	99
Tableau 29 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + »	100
Tableau 30 : Valeurs des quantités caractéristiques du taux de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données & les modèles	101
Tableau 31 : Valeurs prédites de taux de porosité par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs.....	102

Tableau 32 : Valeurs des quantités caractéristiques du diamètre des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles	103
Tableau 33 : Valeurs prédites du diamètre des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs.....	104
Tableau 34 : Valeurs des quantités caractéristiques de la longueur des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles	105
Tableau 35 : Valeurs prédites de la longueur des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs	106
Tableau 36 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles	106
Tableau 37 : Valeurs prédites du rapport des diamètres des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs	107
Tableau 38 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport du nombre de pores par échantillon de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles ..	108
Tableau 39 : Valeurs prédites du nombre de pores par échantillon par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs	109
Tableau 40 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport de la distance entre les pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles	109
Tableau 41 : Valeurs prédites de la distance entre les pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs	110
Tableau 42 : Détermination des valeurs des paramètres caractéristiques des plissements	114
Tableau 43 : Valeurs des paramètres caractéristiques du plissement 1	117
Tableau 44 : Taux de porosité sur les bords du plissement 1.....	118
Tableau 45 : Taux de porosité sur les bords du plissement 2.....	118
Tableau 46 : Valeurs des paramètres caractéristiques du plissement 2.....	119



Chapitre 3 : Caractérisation de comportement mécanique en quasi-statique et influence des défauts

Introduction

Pour déterminer l'influence des deux défauts étudiés, à savoir la porosité et le plissement, une étude du comportement mécanique est mise en place. Cette partie a permis d'identifier les propriétés mécaniques des différents matériaux à la fois pour quantifier l'influence des défauts mais aussi pour pouvoir alimenter des modèles numériques incluant la variabilité et qui font l'objet d'une autre thèse menée dans le projet SIMSCEF.

I. Modèle mécanique du matériau

Dans cette étude, le modèle mécanique sera établi pour le matériau sain et avec porosité afin de pouvoir les modéliser numériquement. Pour le cas avec porosité il s'agira finalement d'une homogénéisation. Pour le plissement c'est différent car il est préférable de considérer le matériau comme sain, avec de la porosité autour du plissement, mais le plissement sera considéré en le modélisant réellement dans un modèle éléments finis pour définir son influence.

Le matériau sain, et avec porosité, sont identifiés par un modèle élastique orthotrope linéaire qui est défini selon la loi de Hooke par sa matrice de rigidité :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{13} \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{11}} & -\frac{\nu_{12}}{E_{11}} & -\frac{\nu_{13}}{E_{11}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_{22}} & \frac{1}{E_{22}} & -\frac{\nu_{23}}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{31}}{E_{33}} & -\frac{\nu_{32}}{E_{33}} & \frac{1}{E_{33}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (43)$$

L'étude mécanique se base sur une série d'essais statiques qui permettent de déterminer chacun des paramètres mécaniques caractéristiques du matériau avec ou sans défauts. Ces paramètres sont les modules élastiques E_{11} et E_{22} , les modules de cisaillement G_{23} , G_{13} et G_{12} , et les coefficients de poisson ν_{12} . Ces paramètres sont définis dans le repère suivant :

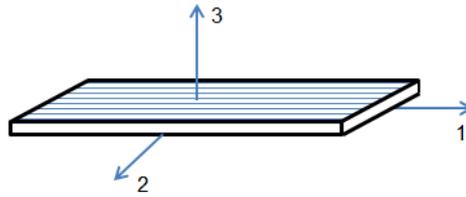


Figure 83 : Schéma du repère du modèle orthotrope

Réellement, la série d'essais statiques ne permet de définir que les paramètres suivants :

- Essai de traction à 0° , norme NF EN ISO 527 $\rightarrow E_{11}$ et ν_{12}
- Essai de traction à 90° , norme NF EN ISO 527 $\rightarrow E_{22}$ et ν_{21}
- Essai de traction à $\pm 45^\circ$, norme NF EN ISO 14129 $\rightarrow G_{12}$
- Essai de cisaillement – Flexion appuis rapprochés, norme NF EN ISO 14130 $\rightarrow G_{13}$ et G_{23}

L'étude étant sur un stratifié unidirectionnel, des égalités se retrouvent comme $\nu_{12} = \nu_{13}$, $\nu_{21} = \nu_{31}$ et $E_{22} = E_{33}$. Les moyens techniques ne permettent pas de caractériser le coefficient de Poisson ν_{23} , donc la valeur du paramètre pour la modélisation numérique du projet sera prise dans la bibliographie. Des essais de compression sur des éprouvettes à 0° sont mises en place afin d'observer l'influence de la porosité en compression.

Des essais statiques de flexion 3 points sont ajoutés afin de déterminer l'influence du plissement en quasi-statique et de valider le modèle numérique du projet. Chaque essai est effectué sur un minimum de 5 éprouvettes afin d'observer la variabilité des résultats et de valider la robustesse des données.

II. Critère de rupture

Les essais statiques permettent aussi de déterminer les paramètres mécaniques à la rupture du matériau sain et avec défauts. Ces paramètres permettent d'alimenter le critère de rupture choisi qui validera le modèle numérique dans le projet.

Le choix du critère de rupture s'est fait entre 3 critères utilisés par Adwen et Daher : le critère de Yamada-Sun, le critère de Tsai-Hill et le critère de Puck. Finalement, le critère de rupture choisi est le critère de Puck selon les résultats de l'étude de M. J. Hinton et al. [1] qui ont comparé plusieurs critères sur 150 cas de chargement et ont classé les critères en fonction de la qualité des prédictions. Le tableau 47 énumère les résultats des travaux de M. J. Hinton et al. en classant les critères en fonction du nombre de résultats A, B et C telles que :

- A : Prédiction avec $\pm 10\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- B : Prédiction entre $\pm 10\%$ et $\pm 50\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- C : Prédiction supérieure à $\pm 50\%$ par rapport à la valeur expérimentale ;
- NA : Pas de valeurs.

Le critère de Puck est le critère qui a obtenu le plus de A. On retrouve derrière le critère de Tsai qui est en fait un critère de Hill modifié, et le critère de Yamada-sun, désigné ici par Sun. Ceci s'explique par le fait que le critère de Puck prend en compte non seulement la rupture de la matrice mais aussi l'apparition du délaminage. De plus, il ajoute une composante transverse.

Grade type	A	B	C	NA	A+B
Zinoviev	53	43	29	0	96
Bogetti	51	44	30	0	95
Puck	64	30	31	0	94
Cuntze	62	32	31	0	94
Tsai	50	35	40	0	85
Sun(L)	52	31	42	0	83
Edge	50	32	43	0	82
Huang	42	38	45	0	80
Mayes	52	27	46	0	79
Wolfe	39	31	55	0	70
Hart-Smith3	39	30	41	15	69
Chamis2	44	24	53	4	68
Rotem	37	30	58	0	67
Hart-Smith1	41	16	23	45	57
Hart-Smith2	36	19	25	45	55
Sun(NL)	21	17	21	66	38
Eckold	20	14	48	43	34
McCartney	10	4	4	107	14
Cuntze-B	59	38	28	0	97
Tsai-B	57	36	32	0	93
Mayes-B	58	33	34	0	91
Wolfe-B	53	32	40	0	85
Edge-B	51	34	40	0	85
Huang-B	43	37	45	0	80
McCartney-B	26	13	19	67	39

Tableau 47 : Comparaison des différents critères de rupture pour 125 cas de chargement différents [1]

Le critère de Puck différencie donc la rupture des fibres et la rupture de la matrice, et est défini tel que :

- Rupture des fibres :

$$f_{E(F)} = \begin{cases} \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^t} = 1 & \text{pour } \sigma_1 \geq 0 \\ \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^c} = 1 & \text{pour } \sigma_1 \leq 0 \end{cases} \quad (44)$$

Où R_{\parallel}^t est la contrainte à la rupture en traction longitudinale et R_{\parallel}^c est la contrainte à la rupture en compression longitudinale.

- Rupture de la matrice :

$$f_{E(F)} = \begin{cases} \sqrt{\left[\left(\frac{1}{R_{\perp}^t} - \frac{P_{\perp\psi}^t}{R_{\perp\psi}^A} \right) - \sigma_n(\theta) \right]^2 + \left(\frac{\tau_{nt}(\theta)}{R_{\perp\perp}^A} \right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}(\theta)}{R_{\perp\parallel}} \right)^2} + \frac{P_{\perp\psi}^t}{R_{\perp\psi}^A} \sigma_n(\theta) = 1 & \text{pour } \sigma_n \geq 0 \\ \sqrt{\left(\frac{\tau_{nt}(\theta)}{R_{\perp\perp}^A} \right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}(\theta)}{R_{\perp\parallel}} \right)^2 + \left(\frac{P_{\perp\psi}^c}{R_{\perp\psi}^A} \sigma_n(\theta) \right)^2} + \frac{P_{\perp\psi}^c}{R_{\perp\psi}^A} \sigma_n(\theta) = 1 & \text{pour } \sigma_n < 0 \end{cases} \quad (45)$$

Où R_{\perp}^t est la contrainte à la rupture en traction transversale, $R_{\perp\parallel}$ est la contrainte à la rupture en traction à $\pm 45^\circ$, $R_{\perp\perp}^A$ est la résistance en compression transversale et $R_{\perp\psi}^A$ la résistance en cisaillement définies telles que :

$$\frac{P_{\perp\psi}^{t,c}}{R_{\perp\psi}^A} = \frac{P_{\perp\perp}^c}{R_{\perp\perp}^A} \cos^2\psi + \frac{P_{\perp\psi}^{t,c}}{R_{\perp\psi}^A} \sin^2\psi \quad \text{avec} \quad \cos^2\psi = \frac{\tau_{nt}^2}{\tau_{nt}^2 + \tau_{nl}^2} \quad \text{et} \quad \sin^2\psi = \frac{\tau_{nl}^2}{\tau_{nt}^2 + \tau_{nl}^2} \quad (46)$$

Où R_{\perp}^c est la contrainte à la rupture en compression transversale, τ_{nt} et τ_{nl} sont les contraintes de cisaillement dans le plan de rupture, parallèle et perpendiculaire à la direction des fibres. $P_{\perp\psi}^{t,c}$, $P_{\perp\psi}^c$, $P_{\perp\perp}^c$ et $P_{\perp\psi}^{t,c}$ sont des paramètres déterminés expérimentalement à l'aide de l'équation 5.

III. Analyse de la variance

Ce travail ayant pour objectif d'étudier la variabilité des données, les résultats des essais sont traités avec une analyse de la variance (ANOVA) afin de déterminer au mieux l'influence du défaut sur le comportement mécanique. L'analyse de la variance est un test qui détermine si la moyenne de deux ou plusieurs échantillons de données est équivalente ou non, en d'autres termes s'il y a une variation statistiquement significative entre deux ou plusieurs échantillons de données.

L'étude statistique des résultats est définie pour chaque essai telle que :

- Analyse de la variance pour chaque paramètre à un niveau de risque de 0,05 ;
- Si l'ANOVA valide l'hypothèse d'une influence statistiquement significative :
 - Détermination d'un modèle polynômial d'ordre 2 afin de mesurer l'influence du défaut ;
- Si L'ANOVA invalide l'hypothèse d'une influence statistiquement significative :
 - Recherche de possibles points aberrants dus à des erreurs de manipulation ou des erreurs de mesure ;
 - Points aberrants par rapport à un agrégat de résultat à l'aide du test de Dixon ;
 - Nouvelle analyse de la variance ;
 - Conclusion.

Par exemple, soit des données mesurées en k nombre d'échantillons, où y_{ij} représente la valeur de l'observation $i^{\text{ème}}$ ($i=1, 2, \dots, n_j$) pour le $j^{\text{ème}}$ niveau de gamme, alors l'analyse de la variance peut s'écrire :

$$y_{ij} = u + t_j + \varepsilon_{ij}, j = 1, 2, \dots, k; i = 1, 2, \dots, n_j \quad (47)$$

Où u est une constante, t_j l'effet de l'échantillon j et ε_{ij} l'erreur qui suit une loi Normal.

L'hypothèse nulle H_0 est que les moyennes des échantillons de données sont équivalentes et l'hypothèse alternative H_1 est qu'une moyenne est différente des autres, ce qui s'exprime par :

$$H_0 : \mu = \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k \quad (48)$$

$$H_1 : \mu_p \neq \mu_q \text{ pour } p \geq 1, q \leq k \quad (49)$$

Où μ_j est la moyenne du $j^{\text{ème}}$ échantillon.

Pour tester l'hypothèse, la variation totale d'un échantillon doit être divisée entre les groupes d'échantillon et à l'intérieur des groupes. L'utilisation du F-test permet de déterminer si les deux variations sont différentes. L'analyse de la variance s'appuie alors sur le carré de la moyenne respective de chaque partie pour estimer la variation :

$$\sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{y})^2 = \sum_{j=1}^k n_j (\bar{y}_j - \bar{y})^2 + \sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_j)^2 \quad (50)$$

Où le terme de gauche est appelé « Somme des carrés total » qui représente la variance totale, le second terme « sommes de carrés due au facteur » qui représente la variabilité inter-facteur, et le troisième terme « somme des carrés de l'erreur ». L'équation 9 se simplifie telle que :

$$SS_{Total} = SS_{facteur} + SS_{erreur} \quad (51)$$

Lorsque l'hypothèse H_0 est vraie, les k niveaux des données sont distribués normalement et indépendamment, avec une moyenne μ et une variance σ^2 . Soit la statistique F telle que :

$$F = \frac{MS_{facteur}}{MS_{erreur}} = \frac{\frac{SS_{facteur}}{(k-1)}}{\frac{SS_{erreur}}{(n-k)}} \quad (52)$$

F suit une distribution $F_{(k-1, n-k)}$ où $MS_{facteur}$ est la moyenne des carrés des facteurs et MS_{erreur} la moyenne des carrés des erreurs, et qui sont définis par le rapport de la somme des carrés par le nombre de degrés de liberté associé. Pour un certain niveau de confiance α , si F dépasse la valeur critique $F_{(k-1, n-k, \alpha)}$, qui se trouve dans le tableau des valeurs de la distribution F, la probabilité *p-value*, qui est calculé à partir de la table de distribution du Khi-deux, est inférieure au niveau de confiance α et donc l'hypothèse nulle est rejeté. Par exemple, si la P value vaut 0,04 comparée à 0,05 (5 % de risque).

Typiquement, les résultats de l'analyse de la variance sont présentés dans un tableau appelé ANOVA comme ci-dessous :

Source de la variance	Somme des carrés des écarts	Degrés de liberté	Variance	F	p-value
Inter-facteurs ou modèle	$SS_{facteur}$	$k-1$	$MS_{facteur}$	$\frac{MS_{facteur}}{MS_{erreur}}$	$P\{F \geq F_{(k-1, n-k, \alpha)}\}$
Intra-facteur ou erreur	SS_{erreur}	$n-k$	MS_{erreur}		
Total	SS_{totale}	$n-1$			

Tableau 48: Tableau des résultats de l'analyse de la variance

Si l'analyse de la variance valide l'hypothèse que le paramètre varie significativement, un modèle polynomial d'ordre 2 est déterminé par la méthode des moindres carrés qui minimise la somme des carrés des écarts entre la courbe théorique et les points expérimentaux et qui se base sur le maximum de vraisemblance, présenté en Chapitre 2. Par exemple pour un jeu de données (x_i, y_i) avec $i = 1, 2, \dots, n$, où X est la variable indépendante et Y est la variable dépendante, une régression polynomiale ajuste les données à un modèle du type :

$$y = \beta_0 + \beta_1 x + \beta_2 x^2 + \dots + \beta_k x^k + \varepsilon \quad (53)$$

Où ε est le terme d'erreur qui est présumé indépendant et distribué normalement, et k le degré de régression. Pour ajuster le modèle, les résidus, définis avec l'équation 13, sont présumés distribués normalement avec une moyenne égale à 0 et une variance σ_i^2 .

$$res_i = y_i - (\beta_0 + \beta_1 x_i + \beta_2 x_i^2 + \dots + \beta_k x_i^k) \quad (54)$$

Alors le maximum de vraisemblance estimé pour le paramètre β_k peut être obtenu en minimisant le Khi-carré qui est défini par :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^n w_i (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad \text{et} \quad w_i = \frac{1}{\sigma_i^2} \quad (55)$$

Où σ_i est l'erreur de mesure qui, si elle est inconnue, est mise à 1.

Le calcul d'estimation des coefficients est une procédure de calcul matricielle. D'abord, la régression du modèle est réécrite sous la forme :

$$Y = XB + E \quad (56)$$

Soit :

$$Y = \begin{bmatrix} y_1/\sigma_1 \\ y_2/\sigma_2 \\ \vdots \\ y_n/\sigma_n \end{bmatrix}, \quad X = \begin{bmatrix} 1/\sigma_1 & x_1^2/\sigma_1 & x_1^3/\sigma_1 & \dots & x_1^k/\sigma_1 \\ 1/\sigma_2 & x_2^2/\sigma_2 & x_2^3/\sigma_2 & \dots & x_2^k/\sigma_2 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 1/\sigma_n & x_n^2/\sigma_n & x_n^3/\sigma_n & \dots & x_n^k/\sigma_n \end{bmatrix}, \quad B = \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_n \end{bmatrix}, \quad E = \begin{bmatrix} \varepsilon_0 \\ \varepsilon_1 \\ \vdots \\ \varepsilon_n \end{bmatrix} \quad (57)$$

L'estimation du vecteur B est la solution des équations linéaires et peut être exprimée telle que :

$$\hat{B} = \begin{bmatrix} \hat{\beta}_0 \\ \hat{\beta}_1 \\ \vdots \\ \hat{\beta}_k \end{bmatrix} = (X'X)^{-1}X'Y \quad (58)$$

Où X' est la transposée de X .

L'identification des points aberrants se fait par le test de Dixon provenant des travaux de Dean et Dixon [2]. Le test consiste à comparer la distance entre les points les plus éloignés de la moyenne et les points immédiatement voisins à l'étendue totale des résidus. Dans le cas d'une moyenne, les résidus correspondent aux mesures. Les résidus, ou mesures dans ce cas-là sont classés tels que :



Figure 84 : Principe du test de Dixon

Des rapports Q_1 et Q_2 sont déterminés à partir des mesures, à l'aide d'équations qui dépendent du nombre de mesure. Dans cette étude quasi-statique, chaque essai est reproduit 5 fois avec 5 éprouvettes différentes ce qui amène $n=5$ mesures. Les rapports Q_1 et Q_2 sont alors définis par les équations suivantes.

$$Q_1 = \frac{R_2 - R_1}{R_n - R_1} \quad \text{et} \quad Q_2 = \frac{R_n - R_{n-1}}{R_n - R_1} \quad (59)$$

Les deux rapports sont alors comparés à une valeur critique Q_c qui est défini dans le tableau de Dixon en fonction du nombre de mesures et le niveau de confiance choisi, dans le cas de cette étude, le niveau de confiance est fixé à 5%. Si Q_1 est supérieur à Q_c , alors la mesure 1 est aberrante et Q_2 est supérieur à Q_c , alors la mesure n est aberrante. Pour une gamme de 5 mesures et un niveau de confiance de 5%, Q_c a une valeur de 0,642.

IV. Essais de traction

IV.1 Protocole d'essais

L'essai de traction permet à travers la mesure de certaines propriétés mécaniques d'établir la loi de comportement contrainte-déformation du matériau dans un repère donné dans une certaine direction.

Ainsi, il faut caractériser le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν à 0° et 90° grâce à des essais de traction dans les mêmes directions, le module de cisaillement G_{12} par l'essai sur un matériau avec des fibres orientées à $\pm 45^\circ$, ainsi que des grandeurs significatives comme l'allongement, la déformation et la contrainte à la rupture.

Pour effectuer ces essais, la norme NF EN ISO 527 pour les essais à 0° et 90° a été utilisée ainsi que la norme NF EN ISO 14129 pour les essais à $\pm 45^\circ$, qui préconisent toutes les deux, des éprouvettes rectangulaires avec les dimensions indiquées ci-dessous sur la figure 85 :

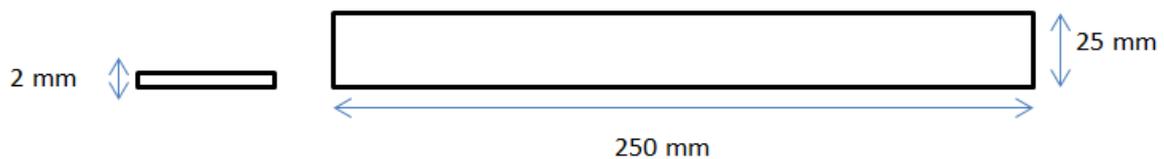


Figure 85 : Dimensions des éprouvettes de traction

Des talons biseautés en aluminium de 50 mm de longueur et 2 mm d'épaisseur sont collés aux extrémités des éprouvettes afin de concentrer les efforts dans la zone utile, d'éviter les glissements et les possibles effets de cisaillement. Les schémas des chargements des trois essais de traction à 0° , 90° et $\pm 45^\circ$ sont présentés sur la figure 86.

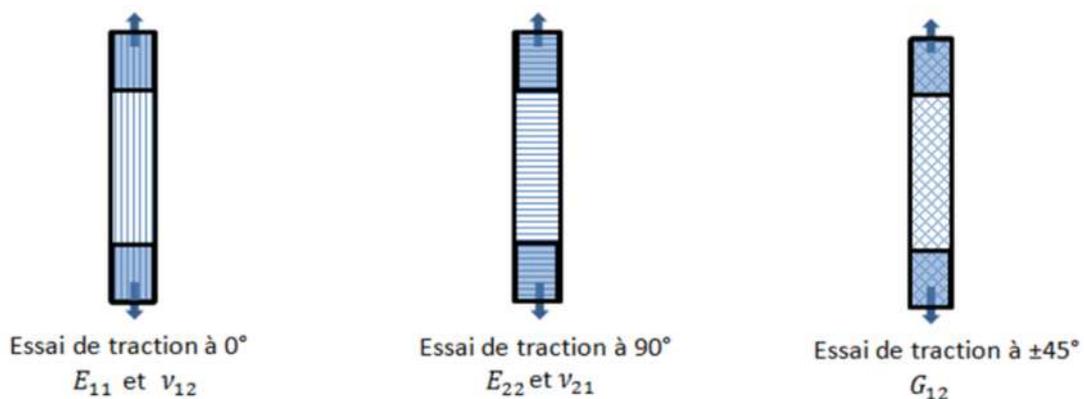


Figure 86 : Schéma de chargement des 3 essais de traction

Les essais de traction se font à une vitesse de chargement de 1 %/min soit pour nos dimensions une vitesse de déformation de 1 mm/min.

IV.2 Eprouvettes à 0°

IV.2.1 Résultats

L'essai de traction sur des éprouvettes à 0° permet de déterminer les paramètres suivants : le module de rigidité longitudinal E_{11} , le coefficient de Poisson longitudinal ν_{12} et la contrainte à la rupture en traction longitudinale $R_{||}^t$.

Le module de rigidité E_{11} se calcule avec la pente de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale, visible sur la figure 87, pour une déformation comprise entre 0,05% et 0,25%.

Le coefficient de Poisson se calcule par le rapport entre la déformation transversale et la déformation longitudinale sur la même plage de déformation que pour le calcul de E_{11} . La figure 5 illustre la contrainte en fonction de la déformation pour les 5 essais à 0° , pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité. Au vu des courbes, les essais sont bien répétables. Les coefficients de variation sont globalement inférieurs à 7%.

Les résultats des essais de traction à 0° pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3,0 % de porosité sont visibles sur le tableau 49. Les résultats présentent une certaine variabilité avec des coefficients de variation allant de 3,4% à 14,1 %. Ces variations dans les résultats sont dues à la variabilité microstructurale et à la variabilité liée à l'essai lui-même : l'utilisateur qui ne reproduit pas parfaitement le même essai ainsi que les incertitudes de mesures. L'augmentation du taux de porosité semble affecter les 3 paramètres avec une légère diminution même si une courbe du matériau porosité + et deux courbes du matériau porosité - ont des tendances supérieures aux autres.

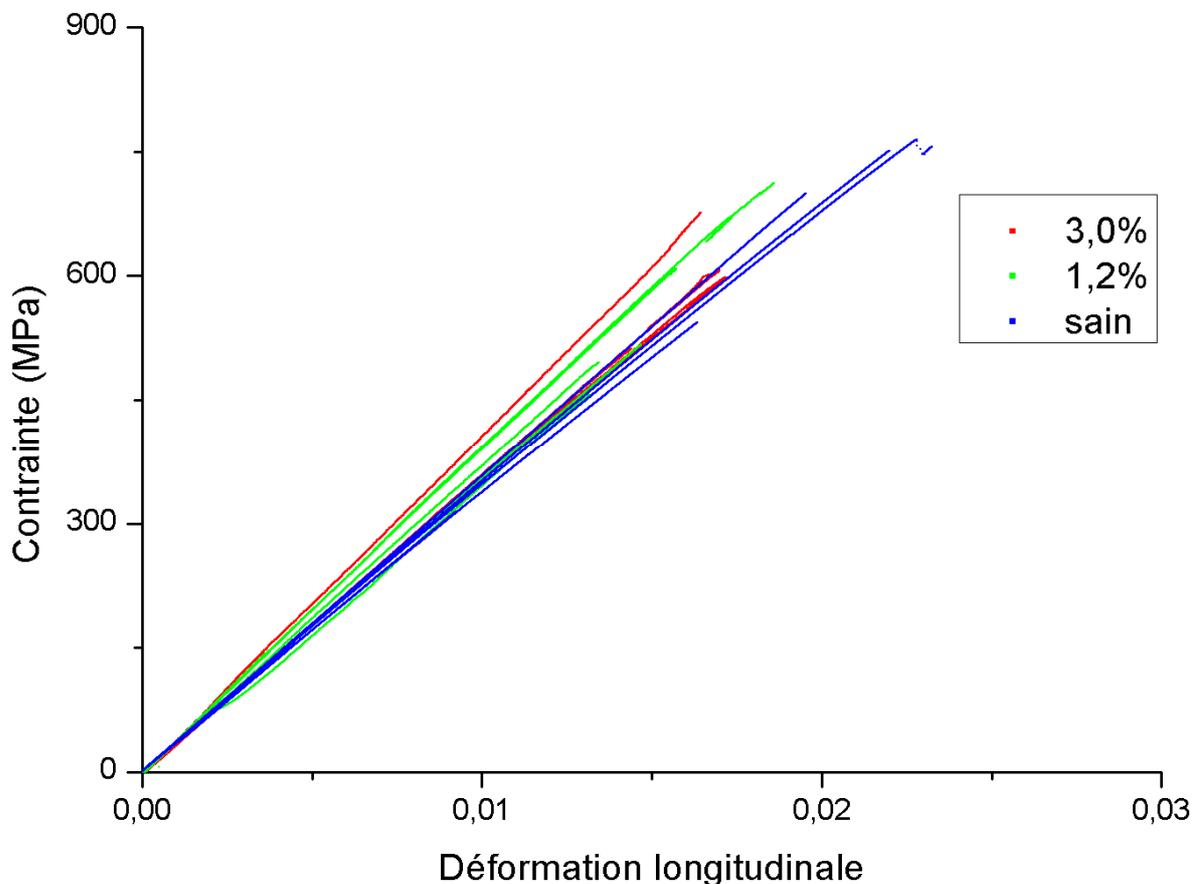


Figure 87 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à 0°

Matériau sain	x	E_{11} (GPa)	ν_{12}	R_{ij}^t (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	E_{11} (GPa)	ν_{12}	R_{ij}^t (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	E_{11} (GPa)	ν_{12}	R_{ij}^t (MPa)
	1	37,440	0,341	655,8		1	39,82	0,333	741,2		1	36,142	0,311	512,2
	2	37,799	0,374	700,2		2	40,351	0,326	646,7		2	41,939	0,375	676,2
	3	36,379	0,345	707,2		3	36,327	0,324	680,1		3	36,243	0,303	688,6
	4	40,259	0,389	771,2		4	35,631	0,305	667,2		4	36,103	0,309	520,2
	5	33,482	0,322	720,1		5	37,114	0,332	659,4		5	35,635	0,318	646,5
	μ	37,07	0,354	710,9		μ	37,85	0,324	678,9		μ	37,21	0,323	608,7
	σ	2,459	0,026	41,5		σ	2,117	0,011	36,9		σ	2,653	0,029	85,95
	C					C					C			
O	0,0663	0,075	0,058	O	0,0559	0,034	0,054	O	0,0710	0,091	0,141			
V				V				V						

Tableau 49 : Résultats des essais de traction à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

IV.2.2 Analyse de la variance

IV.2.2.1 Module d'Young E_{11}

La figure 88 représente les valeurs des modules d'Young pour les échantillons sains, avec 1,2 % de porosité et 3,0 % de porosité. Graphiquement, le module semble varier avec la porosité mais l'analyse de la variance exclut cette hypothèse. Comme indiquée sur le tableau 50, la valeur de p-value est supérieure au niveau de confiance à 5 % (valeur de la colonne F) et donc, les variations du module d'Young E_{11} en fonction du taux de porosité ne sont pas statistiquement significative compte tenu de la variabilité des résultats.

Des résultats aberrants peuvent être à l'origine de l'invalidation de l'hypothèse que le module E_{11} varie avec le taux de porosité. Les résultats de chaque échantillon sont alors analysés pour voir s'il n'y a pas de points aberrants dus à des erreurs de mesures ou de mise en place de l'essai. Ces points aberrants sont les points mesures extrêmes. La figure 88 présente les valeurs des modules pour chaque échantillon, deux points cerclés en rouge semblent incorrects avec des écarts proches de 15% par rapport à la moyenne.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	1,46861	0,7343	0,12322	0,88517
Intra-facteur	12	71,51137	5,95928		
Total	14	72,97998			

Tableau 50 : Tableau ANOVA pour le module d'young E_{11}

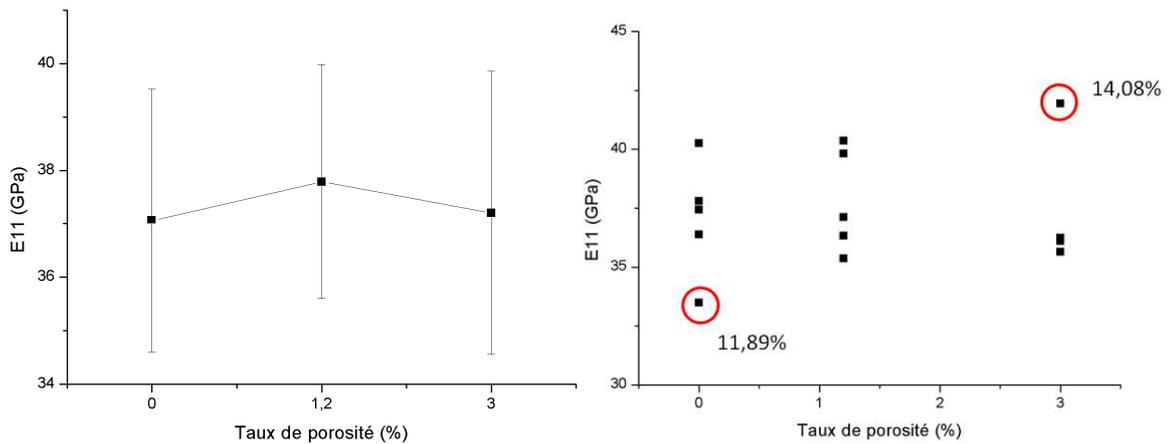


Figure 88 : Graphique des modules d'Young E_{11} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite

X	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
E_{11} (GPa) Sain	37,799	37,799	36,379	40,259	33,482	37,07	2,653	0,0710
E_{11} (GPa) porosité -	39,82	40,351	36,327	35,631	37,114	37,85	2,117	0,0559
E_{11} (GPa) porosité +	36,142	41,939	36,243	36,103	35,635	37,21	2,653	0,0710

Tableau 51 : Valeur des modules d'Young mesurés avec en rouge les valeurs qui semblent aberrants

Pour le matériau sain, le point en rouge amène après calcul à un rapport Q égale à 0,427 inférieur à Q_c donc il n'est pas aberrant. Pour le matériau porosité +, le point en rouge donne un rapport Q de 0,903 et donc le point est considéré comme aberrant. Une deuxième analyse de la variance est effectuée en enlevant le point aberrant mais le résultat est le même, le taux de porosité n'a pas d'influence statistiquement significative compte tenu de la valeur p-value, visible dans le tableau 52.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	6,92576	3,46286	0,87395	0,44437
Intra-facteur	12	43,58547	3,96231		
Total	14	50,51115			

Tableau 52 : Tableau ANOVA pour le module d'young E_{11}

IV.2.2.2 Coefficient de Poisson ν_{12}

Les coefficients de Poisson ν_{12} des matériaux sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité sont présentés sur la figure 89 avec le graphique des valeurs individuelles et le graphique avec barres d'erreur. Le coefficient de Poisson longitudinal semble décroître avec l'augmentation du taux de porosité.

L'analyse de la variance des données, dont les résultats sont visibles dans le tableau 53, réfute cette hypothèse avec une valeur p-value de 0,10757 supérieure à notre niveau de confiance. Le graphique de droite sur la figure 89 montre un point éloigné sur les valeurs de v_{12} pour le taux de porosité à 3,0%, avec un écart de 17,3% par rapport aux autres valeurs.

Le test de Dixon confirme que ce point est aberrant avec un rapport Q de 0,792. Ce point est donc considéré comme aberrant et est supprimé des données, et le coefficient de Poisson moyen est recalculé avec une valeur de 0,311 au lieu de 0,323.

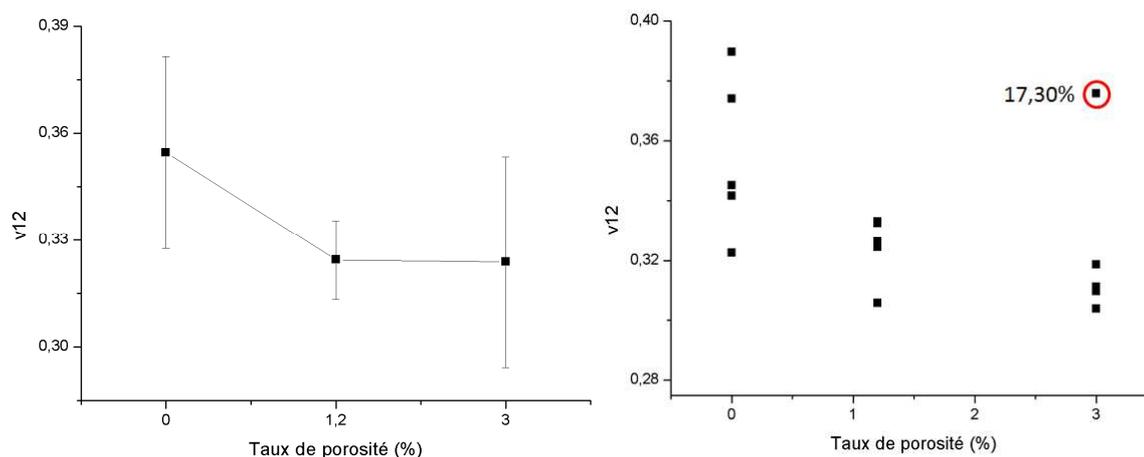


Figure 89 : Graphique des coefficients de poisson v_{12} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
v_{12} Sain	0,341	0,374	0,345	0,389	0,322	0,354	0,026	0,075
v_{12} porosité -	0,333	0,326	0,324	0,305	0,332	0,324	0,011	0,034
v_{12} porosité +	0,311	0,375	0,303	0,309	0,318	0,323	0,029	0,091

Tableau 53 : Valeur des coefficients de Poisson mesurés avec en rouge la valeur qui semble aberrant

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	0,0031	0,00155	2,70036	0,10757
Intra-facteur	12	0,00688	5,733E-4		
Total	14	0,00998			

Tableau 54 : Tableau ANOVA avant réajustement pour le coefficient de poisson v_{12}

Une nouvelle analyse de la variance est effectuée après avoir supprimé le point aberrant et les résultats de cette analyse sont énumérés dans le tableau 54. La valeur p-value obtenue par cette nouvelle analyse est inférieure au niveau de confiance et donc, l'analyse de la variance valide le fait que le taux de porosité a une influence statistiquement significative sur le coefficient de poisson v_{12} .

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	0,00463	0,00231	7,271	0,00972
Intra-facteur	12	0,0035	3,181E-4		
Total	14	0,00812			

Tableau 55 : Tableau ANOVA après réajustement pour le coefficient de poisson v_{12}

L'influence du taux de porosité sur le coefficient de poisson v_{12} est modélisée par régression polynomiale d'ordre 2 dont la courbe est visible sur la figure 90. L'équation du modèle et les valeurs des coefficients sont définies dans l'équation 60 :

$$v_{12} = 0,3546 - 0,0322P\% + 0,0059P\%^2 \quad (60)$$

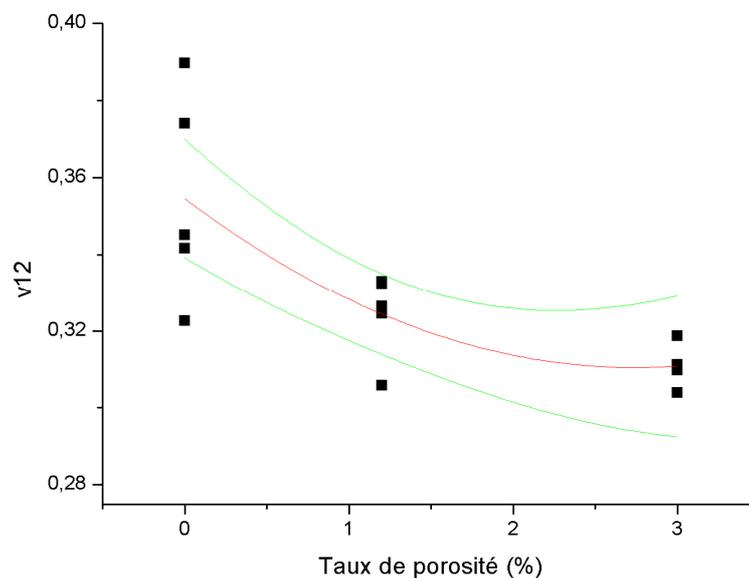


Figure 90 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le coefficient de poisson v_{12} en fonction du taux de porosité

IV.2.2.3 Contrainte à la rupture $R_{||}^t$

La figure 91 montre le graphique, avec barres d'erreurs, de la contrainte à la rupture $R_{||}^t$ en fonction du taux de porosité. Cette contrainte semble diminuer avec l'augmentation du taux de porosité ce qui indique l'influence des pores sur la contrainte. Une expertise plus fine permettrait d'identifier l'interaction entre la porosité et la répartition des contraintes. La mécanique de la rupture indique clairement que la contrainte d'activation des défauts diminue avec l'augmentation de leur taille. L'analyse de la variance, dont les résultats sont visibles dans le tableau 57, confirme cette hypothèse avec une valeur p-value inférieur au niveau de confiance de l'étude.

Pour caractériser l'influence du taux de porosité sur la contrainte à la rupture, un modèle polynomial d'ordre 2 est défini. Il est représenté sur la figure 92 et son équation est telle que :

$$R_{\parallel}^t = 710,9 - 21,7P\% + 4,11P\%^2 \quad (61)$$

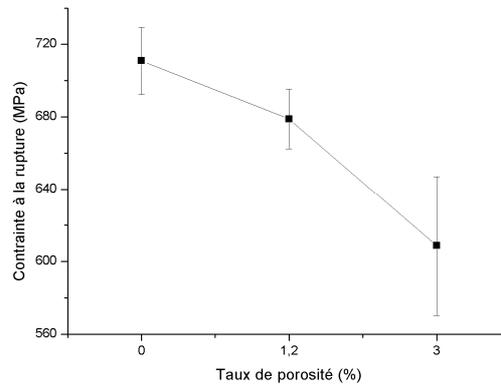


Figure 91 : Graphique des contraintes à la rupture R_{\parallel}^t pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
R_{\parallel}^t (MPa) Sain	655,8	700,2	707,2	771,2	720,1	710,9	41,5	0,058
R_{\parallel}^t (MPa) porosité -	741,2	646,7	680,1	667,2	659,4	678,9	36,9	0,054
R_{\parallel}^t (MPa) porosité +	512,2	676,2	688,6	520,2	646,5	608,7	85,95	0,141

Tableau 56 : Valeur des contraintes à la rupture à 0° mesurées

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	27307,7	13653,8	3,91647	0,04906
Intra-facteur	12	41835,2	3486,3		
Total	14	69142,9			

Tableau 57 : Tableau ANOVA pour la contrainte à la rupture R_{\parallel}^t

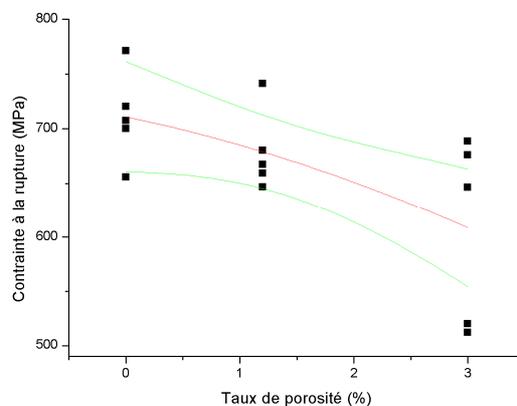


Figure 92 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture R_{\parallel}^t en fonction du taux de porosité

IV.3 Eprouvettes à 90°

IV.3.1 Résultats

L'essai de traction avec des éprouvettes à 90° permet l'identification du module de rigidité transversal E_{22} , le coefficient de poisson longitudinal ν_{21} et la contrainte à la rupture en traction transversale R_{\perp}^t .

Le module de rigidité E_{22} se calcule comme précédemment avec la pente de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale de l'éprouvette, visible sur la figure 8, pour une déformation comprise entre 0,05% et 0,25%.

Le coefficient de Poisson se calcule par le rapport entre la déformation transversale et la déformation longitudinale sur la même plage de déformation que pour le calcul de E_{22} . La figure 93 illustre la contrainte en fonction de la déformation pour les 5 essais à 90° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité. Les courbes ont les mêmes tendances ce qui montre que les essais sont bien répétables. Cela est confirmé par la valeur du coefficient de variation qui est inférieure à 9 %.

Le tableau 58 énumère les résultats des essais de traction à 90° pour le matériau sain, le matériau à 1,2% de porosité et 3,0% de porosité. Les résultats des essais à 90° présentent une variabilité du même ordre de grandeur que celle des essais à 0°, avec un coefficient de variation qui varie entre 2,6% et 9,6%. Au vu des résultats, la porosité semble n'influer que sur la contrainte à la rupture avec une diminution de 27,5%.

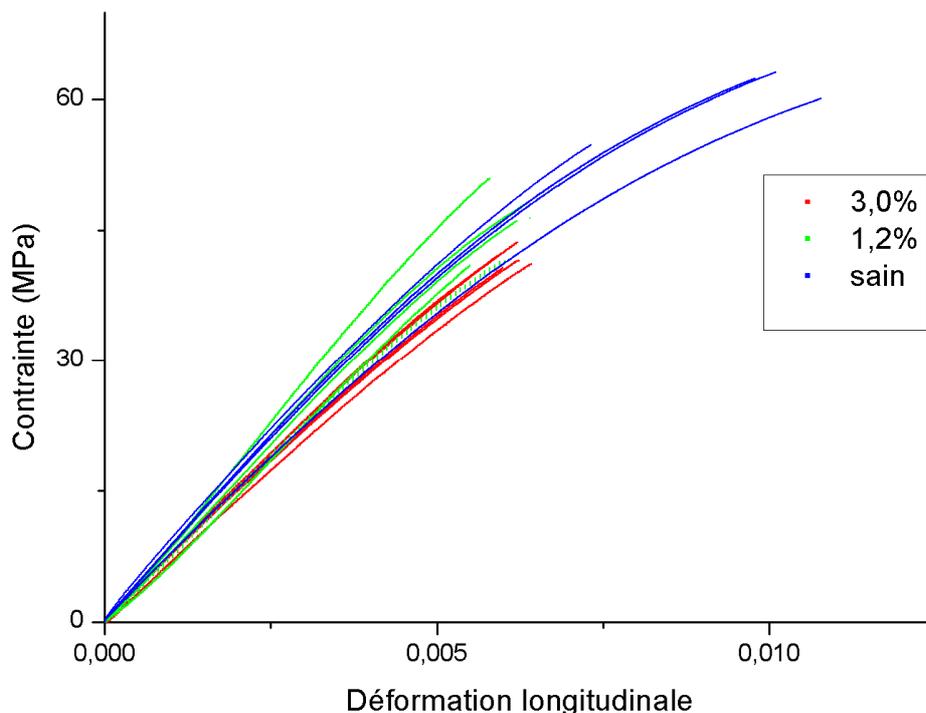


Figure 93 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à 90°

Matériau sain	x	E_{22} (GPa)	ν_{21}	R_1^t (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	E_{22} (GPa)	ν_{21}	R_1^t (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	E_{22} (GPa)	ν_{21}	R_1^t (MPa)
	1	6,955	0,0715	57,0		1	8,268	0,0854	45,57		1	7,040	0,0823	39,90
	2	8,168	0,0778	57,4		2	7,811	0,0777	39,61		2	7,703	0,0684	41,25
	3	8,452	0,0797	54,3		3	8,647	0,0899	46,75		3	7,199	0,0759	39,43
	4	8,476	0,0776	53,5		4	9,43	0,0879	49,72		4	7,301	0,0694	39,32
	5	8,013	0,0751	55,9		5	7,632	0,0882	40,6		5	7,738	0,0732	41,51
	μ	8,01	0,0763	55,62		μ	8,37	0,0858	44,5		μ	7,40	0,0739	40,28
	σ	0,622	0,0032	1,69		σ	0,719	0,0048	4,26		σ	0,311	0,0056	1,03
	C					C					COV			
O	0,0777	0,0414	0,0303	O	0,0860	0,0560	0,0958		0,0420	0,0761	0,0256			
V				V										

Tableau 58: Résultats des essais de traction à 90° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

IV.3.2 Analyse de la variance

IV.3.2.1 Module de rigidité E_{22}

Les valeurs du module de rigidité E_{22} , calculées à partir des essais de traction, en fonction du taux de porosité sont visibles sur la figure 94. La tendance observée ne semble pas concorder avec la physique avec une augmentation du module de 0% à 1,2% de porosité puis une diminution de 1,2% à 3,0% de porosité. L'analyse de la variance, dont les résultats sont visibles dans le tableau 60, invalide l'hypothèse que la porosité a une influence statistiquement significative sur le module de rigidité avec une valeur p-value légèrement supérieure au niveau de confiance.

Sur la figure 94, deux points semblent être incohérents, un à 0% de porosité et un autre à 1,2% de porosité. Ces deux points ayant, selon le test de Dixon, ont des rapports Q supérieur au rapport critique Q_c , et sont donc considérés comme des points aberrants.

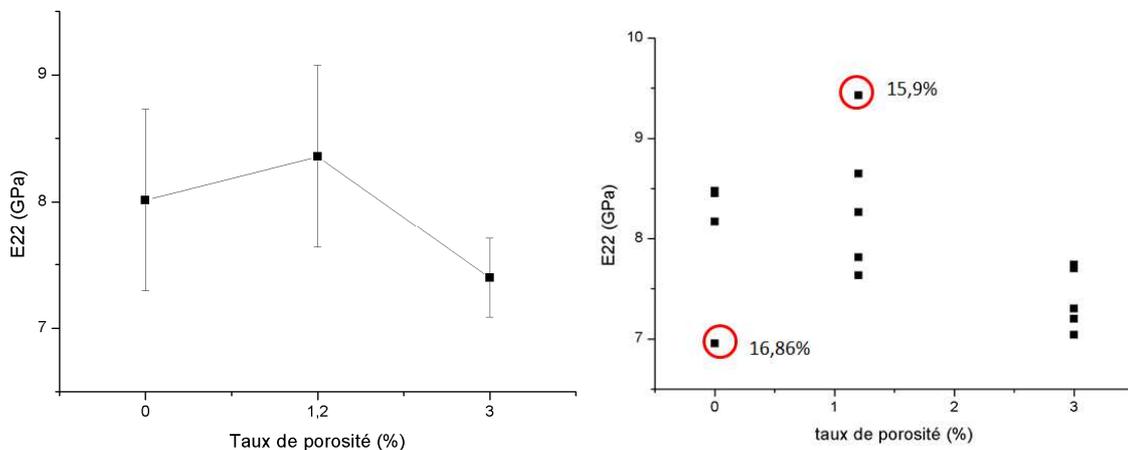


Figure 94 : Graphique des modules de rigidité E_{22} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
E_{22} (GPa) Sain	6,955	8,168	8,452	8,476	8,013	8,01	0,622	0,0777
E_{22} (GPa) porosité -	8,268	7,811	8,647	9,43	7,632	8,37	0,719	0,086
E_{22} (GPa) porosité +	7,040	7,703	7,199	7,301	7,738	7,40	0,311	0,042

Tableau 59 : Valeur des modules de rigidité mesurés avec en rouge les valeurs qui semblent aberrants

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	2,35908	1,17954	3,24022	0,07827
Intra-facteur	12	4,00433	0,36403		
Total	14	6,36341			

Tableau 60 : Tableau ANOVA avant réajustement pour le module de rigidité E_{22}

Une fois les points aberrants éliminés, les modules de rigidité E_{22} moyen sont recalculés, avec une valeur de 8,37 pour le matériau sain et 8,09 pour le matériau avec 1,2% de porosité, et une nouvelle analyse de la variance est effectuée dont les résultats sont énumérés dans le tableau 61. L'analyse valide alors le fait que le taux de porosité a une influence statistiquement significative sur le module de rigidité E_{22} avec une valeur p-value bien en dessous du niveau de confiance (0,05). Les données sont alors traitées afin d'appliquer un modèle polynomiale d'ordre 2 illustré sur la figure 95 et défini par l'équation 62.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	2,04922	1,02461	8,60075	0,00816
Intra-facteur	12	1,07217	0,11913		
Total	14	3,12139			

Tableau 61 : Tableau ANOVA après réajustement pour le module de rigidité E_{22}

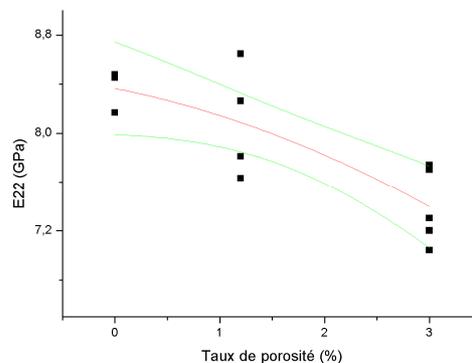


Figure 95 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de rigidité E_{22} en fonction du taux de porosité

$$E_{22} = 8,3654 - 0,16955P\% + 0,05117P\%^2 \quad (62)$$

Le taux de porosité agit donc sur le module de rigidité E_{22} avec une diminution de celui-ci quand le taux de porosité augmente ce qui paraît cohérent.

IV.3.2.2 Coefficient de poisson ν_{12}

Les résultats des coefficients de Poisson ν_{21} en fonction du taux de porosité, illustrés sur la figure 96, présente une tendance qui, tout comme pour le module de rigidité, ne concorde pas avec la physique. Le coefficient augmente lorsque la porosité passe de 0% à 1,2%, alors qu'il diminue de 1,2% à 3,0% de porosité. Cette tendance s'explique par le fait que les données mesurées sont très faibles et l'erreur de mesure entraîne donc de grandes variations.

L'analyse de la variance, dont les résultats sont visibles dans le tableau 62, valide le fait que la porosité a une influence sur le coefficient de Poisson mais vu que la tendance est erronée, cette hypothèse est invalidée et il est considéré que le taux de porosité n'a pas d'influence sur le coefficient de poisson ν_{21} .

L'analyse de la variance est bien valide car le coefficient de Poisson varie significativement de 0% à 1,2% de taux de porosité de même qu'entre 1,2% et 3,0% comme le montre la courbe visible sur la figure 96.

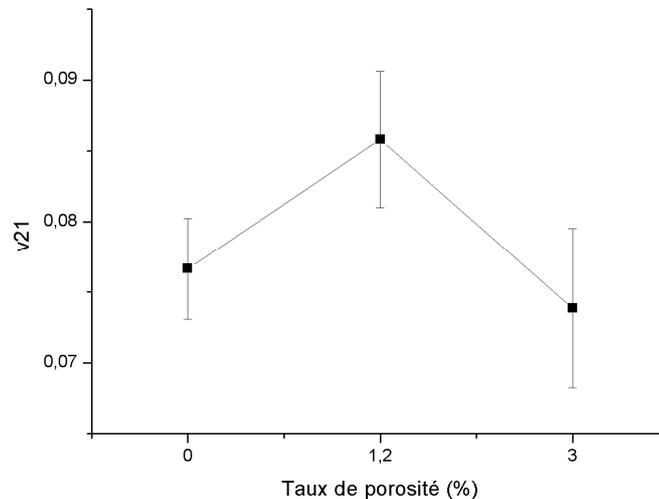


Figure 96 : Graphique, avec barres d'erreurs, des coefficients de Poisson ν_{21} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	3,8623E-4	1,9311E-4	8,2627	0,00644
Intra-facteur	12	2,5709E-4	2,3372E-4		
Total	14	6,4333E-4			

Tableau 62 : Tableau ANOVA pour le coefficient de Poisson ν_{21}

IV.3.2.3 Contrainte à la rupture R_{\perp}^t

La figure 97 illustre les résultats des contraintes à la rupture en traction transversale en fonction du taux de porosité. Graphiquement, le taux de porosité a une influence certaine sur la contrainte à la rupture avec une diminution de 19,1% en passant de 0% à 1,2% de taux de porosité, et une diminution de 9,5% en passant de 1,2% à 3,0% de porosité.

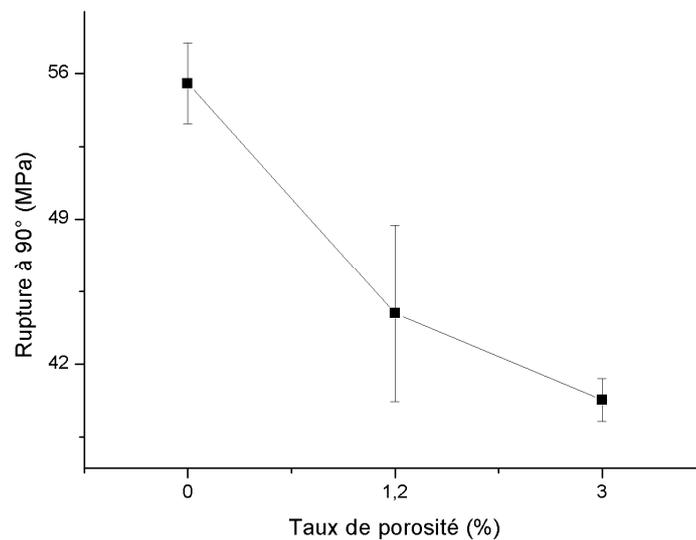


Figure 97 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture R_{\perp}^t pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité

L'analyse de la variance confirme l'influence du taux de porosité sur la contrainte à la rupture en traction transversale, comme le montre les résultats de l'analyse dans le tableau 64, avec une valeur p-value bien inférieure au niveau de confiance.

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
R_{\perp}^t (MPa) Sain	57,0	57,4	54,3	53,5	55,9	55,6	1,69	0,0303
R_{\perp}^t (MPa) porosité -	45,6	39,6	46,7	49,7	40,6	44,5	4,26	0,0958
R_{\perp}^t (MPa) porosité +	39,9	41,2	39,4	39,3	41,5	40,2	1,03	0,0256

Tableau 63 : Valeur des contraintes à la rupture à 90° mesurées

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	538,92359	269,4618	33,68243	2,0417E-5
Intra-facteur	11	88,00078	8,00007		
Total	13	629,92437			

Tableau 64 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en traction transversale R_{\perp}^t

Pour caractériser cette influence, un modèle polynomial d'ordre 2 est appliqué aux données et ce modèle est visible sur la figure 98. Cependant, le modèle appliqué n'est pas correct car il a tendance à augmenter la contrainte à la rupture pour les taux de porosité supérieur à 2,5% ce qui n'est pas représentatif des données et de la physique. Il aurait fallu des données à des taux de porosité supérieurs à 3,0% pour pouvoir appliquer un modèle polynomial d'ordre 2 correct ou utiliser un ordre différent.

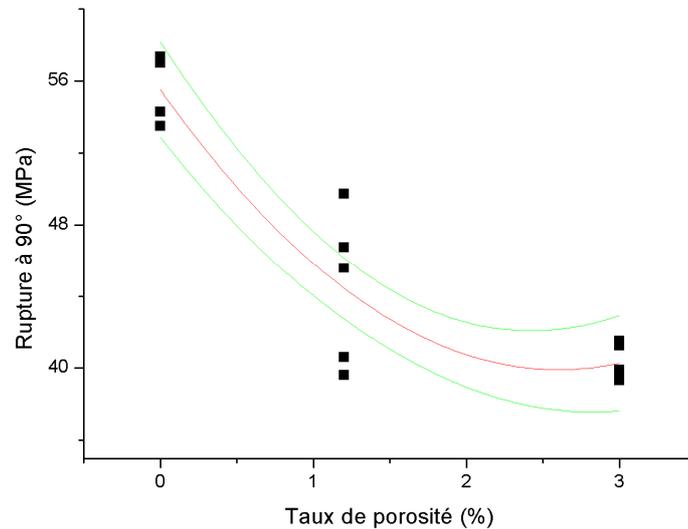


Figure 98 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en traction transversale R_{\perp}^t en fonction du taux de porosité

Du fait que le modèle polynomial d'ordre 2 n'est pas efficace pour caractériser l'influence du taux de porosité sur la contrainte à la rupture en traction transversale, un modèle linéaire est choisi pour modéliser l'influence. Ce modèle est illustré sur la figure 99 et est défini par l'équation 63.

$$R_{\perp}^t = 52,21335 - 4,72319P\% \quad (63)$$

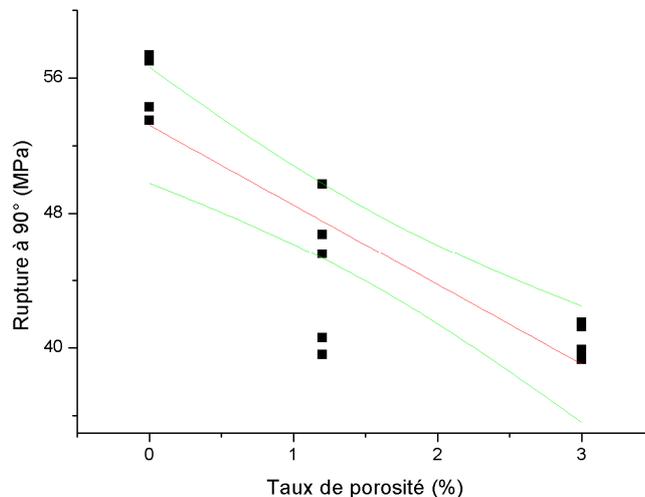


Figure 99 : Modèle linéaire (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en traction transversale R_{\perp}^t en fonction du taux de porosité

Bien que le polynôme d'ordre 1 représente bien l'évolution des données sur la plage de porosité explorée, toute extrapolation peut s'avérer dangereuse. Il faudra reconsidérer l'ensemble des valeurs pour établir un nouveau polynôme.

IV.4 Eprouvettes à $\pm 45^\circ$

L'essai de traction avec des échantillons dont les fibres sont orientées à $\pm 45^\circ$ permet de déterminer les paramètres suivants : le module de cisaillement G_{12} et la contrainte à la rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$. Les courbes des différents essais de traction à 45° sont présentées sur la figure 100. Deux comportements différents sont observés entre les matériaux avec porosité et le matériau sain qui semble être plus rigide mais moins déformable. Cela peut s'expliquer par le fait qu'à 45° la matrice joue un rôle prépondérant et donc la porosité ou le procédé peuvent influencer plus fortement les résultats. En effet, les plaques saines sont mises en œuvre sous presse alors que les plaques avec porosité sont fabriquées sous étuve.

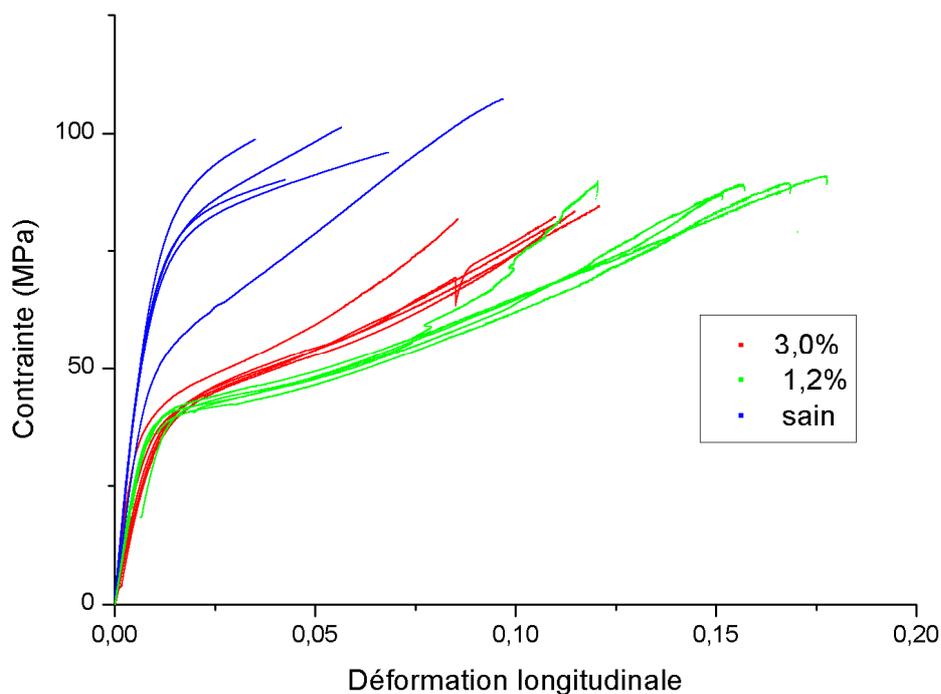


Figure 100 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à $\pm 45^\circ$

IV.4.1 Résultats

Le tableau 65 présente les résultats des essais de traction à 45° pour le matériau sain, le matériau à 1,2% et 3,0% de porosité. Les résultats des essais présentent une certaine variabilité avec un coefficient de variation qui varie entre 1,4% et 14,6%. Au vu des résultats, la porosité semble fortement influencer sur le module de cisaillement avec une diminution de 38,4% et sur la contrainte à la rupture en cisaillement avec une diminution de 16,0%.

Matériau sain	x	G_{12} (GPa)	$R_{\perp\parallel}$ (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	G_{12} (GPa)	$R_{\perp\parallel}$ (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	G_{12} (GPa)	$R_{\perp\parallel}$ (MPa)
	1	4,416	98,22		1	3,890	90,9		1	3,603	84,5
	2	7,253	101,1		2	4,767	89,0		2	4,201	81,9
	3	6,086	107,5		3	3,770	89,8		3	2,982	82,1
	4	4,415	90,9		4	4,622	87,1		4	3,366	83,4
	5	6,582	95,9		5	4,420	89,4		5	3,011	81,84
	μ	5,570	98,7		μ	4,294	89,2		μ	3,433	82,97
	σ	1,287	6,17		σ	0,443	1,37		σ	0,501	1,21
	COV	0,224	0,0624		COV	0,103	0,0154		COV	0,146	0,0146

Tableau 65 : Résultats des essais de traction à 45° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

IV.4.2 Analyse de la variance

IV.4.2.1 Module de cisaillement G_{12}

La figure 101 montre les résultats du module de cisaillement G_{12} en fonction du taux de porosité. Graphiquement, le taux de porosité a une influence certaine sur ce module avec une diminution de 23,1% en passant de 0% à 1,2% de taux de porosité, et une diminution de 10,1% en passant de 1,2% à 3,0% de porosité. La variabilité des essais diminue avec la présence de porosité ce qui peut s'expliquer par le fait que le comportement en cisaillement est dominé par les pores.

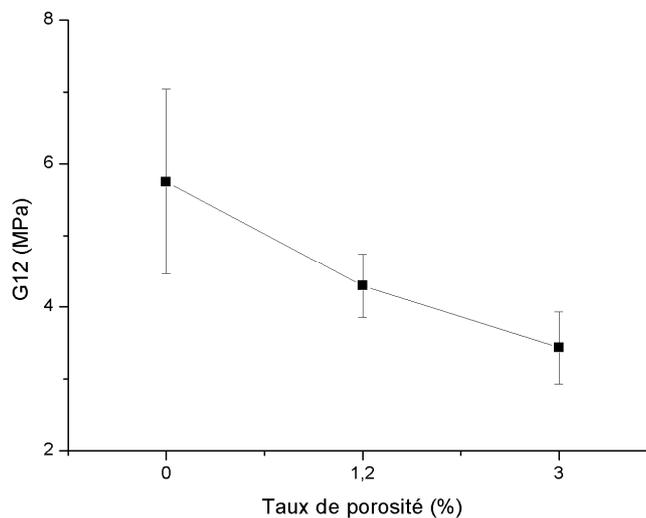


Figure 101 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de cisaillement G_{12} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3,0 % de porosité

L'analyse de la variance des résultats confirme l'influence statistiquement significative du taux de porosité sur le module de cisaillement comme montré sur le tableau 67 avec une valeur de p-value inférieur au niveau de confiance.

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
G_{12} (GPa) Sain	4,416	7,253	6,086	4,415	6,582	5,57	1,287	0,224
G_{12} (GPa) porosité -	3,89	4,767	3,77	4,622	4,42	4,29	0,443	0,103
G_{12} (GPa) porosité +	3,603	4,201	2,982	3,366	3,011	3,43	0,501	0,146

Tableau 66 : Valeur des modules de cisaillement mesurés

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	13,72326	6,86163	9,78535	0,00302
Intra-facteur	12	8,41457	0,70121		
Total	14	22,13784			

Tableau 67 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement G_{12}

Afin de caractériser cette influence, les données sur le module de cisaillement sont identifiées avec un modèle polynomial d'ordre 2 dont l'équation 64 est présentée ci-dessous ainsi que la courbe du modèle en figure 102.

$$G_{12} = 5,75027 - 1,50778P\% + 0,24508P\%^2 \quad (64)$$

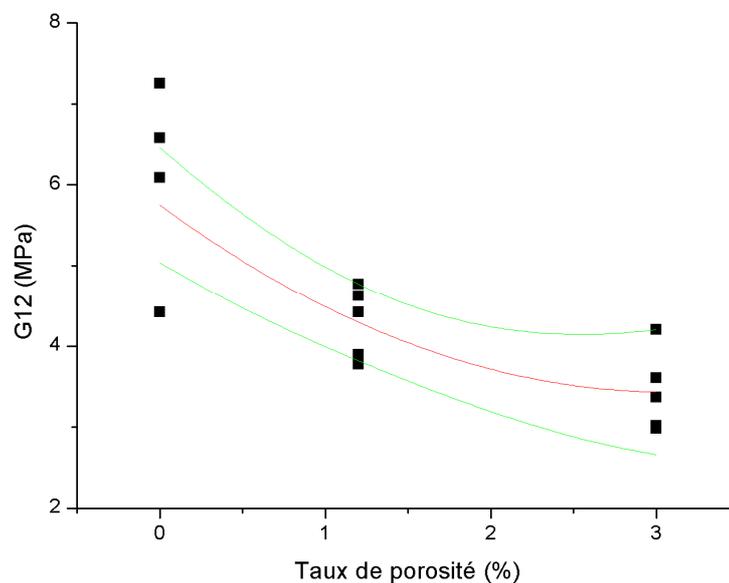


Figure 102 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement G_{12} en fonction du taux de porosité

IV.4.2.2 Contrainte à la rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$

Les résultats des contraintes à la rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$ sont illustrés sur la figure 104 avec les résultats du matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité.

De même que pour le module de cisaillement, le comportement à la rupture en cisaillement est influencé par la présence de pores avec une diminution de la variabilité sur les résultats des essais avec les matériaux à 1,2% et 3,0% de porosité.

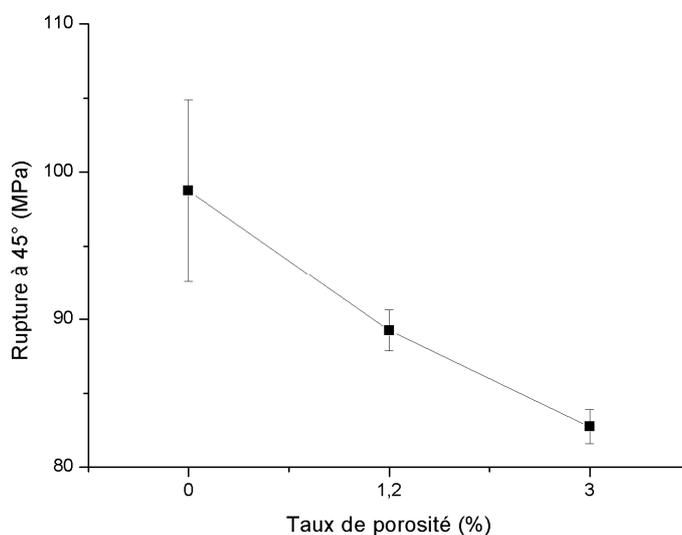


Figure 103 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$ pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité

Cette influence des pores sur le comportement en cisaillement est aussi identifiée sur la diminution de la contrainte à la rupture de 9,3% en passant de 0% à 1,2% de porosité, et de 7% en passant de 1,2% à 3,0% de porosité. Cette influence est confirmée comme statistiquement significative par l'analyse de la variance dont les résultats sont visibles dans le tableau 69.

x	1	2	3	4	5	μ	σ	COV
$R_{\perp\parallel}$ (MPa) Sain	98,22	101,1	107,5	90,9	95,9	98,7	6,17	0,0624
$R_{\perp\parallel}$ (MPa) porosité -	90,9	89,0	89,8	87,1	89,4	89,2	1,37	0,0154
$R_{\perp\parallel}$ (MPa) porosité +	84,5	81,9	82,1	83,4	81,84	82,9	1,21	0,0146

Tableau 68 : Valeur des contraintes à la rupture à $\pm 45^\circ$ mesurées

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	645,54149	322,77075	23,43197	7,1778E-5
Intra-facteur	12	165,2976	13,778		
Total	14	810,83909			

Tableau 69 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$

Pour pouvoir représenter cette influence, un modèle polynomial d'ordre 2, dont l'équation 65 est définie ci-dessous, est appliqué aux données sur la contrainte à la rupture en cisaillement et est illustré sur la figure 104.

$$R_{\perp\parallel} = 98,724 - 9,622P\% + 1,4322P\%^2 \quad (65)$$

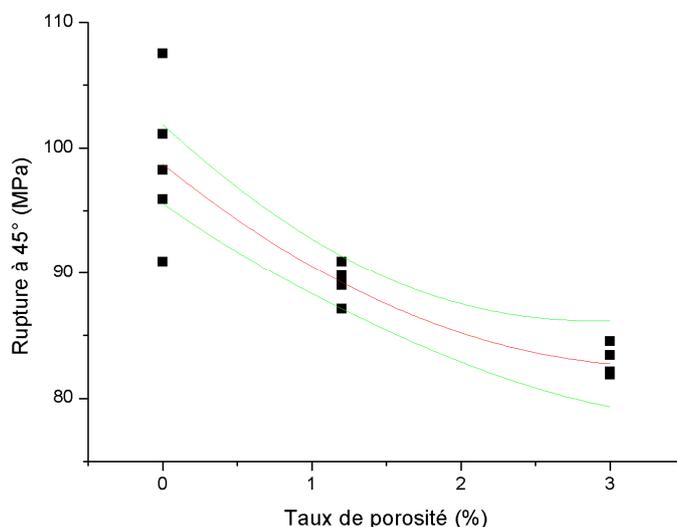


Figure 104 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en cisaillement $R_{\perp\parallel}$ en fonction du taux de porosité

V. Essai de compression à 0°

V.1 Protocole d'essai

L'essai de compression permet d'obtenir le module de compression $E_{compression}$ avec un essai sur une éprouvette à 0°, ainsi que des grandeurs significatives comme la déformation et la contrainte à la rupture R_{\parallel}^C . Cet essai a été réalisé en respectant la norme EN ISO 14126 qui définit, notamment, les dimensions des éprouvettes rectangulaires qui sont illustrées ci-dessous sur la figure 105 :

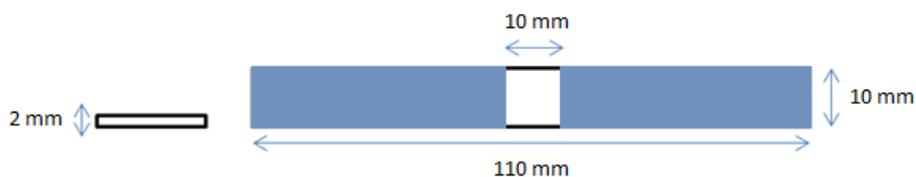


Figure 105 : Dimensions des éprouvettes de compression

Des talons biseautés en aluminium de 50 mm de longueur et 2 mm d'épaisseur sont collés aux extrémités des éprouvettes afin de délimiter la zone de l'éprouvette en chargement, d'éviter les glissements et les possibles effets de cisaillement. Les schémas de chargement de l'essai de compression à 0° est présenté sur la figure 106.



Figure 106 : Schéma de chargement d'un essai de compression

La difficulté de cet essai est d'appliquer un chargement longitudinal parfaitement uniforme sans inclure de flambement. Pour cela, plusieurs montages existent dont le montage IITRI qui est utilisé pour cette étude et dont le schéma est visible sur la figure 107. Des colonnes permettent d'aligner parfaitement les deux mors. De plus, les deux mors se séparent en deux parties, à savoir un bloc mors massif, afin d'éviter tout mouvement du mors, et un système d'auto-serrage. Ce système de montage a été prêté par l'ESTACA de Laval. Afin de vérifier que le chargement n'applique pas de flambement, des jauges d'extensométrie sont placées sur chaque face de l'éprouvette pour contrôler la déformation longitudinale appliquée sur chaque face. La vitesse de chargement est de 1 mm/min.

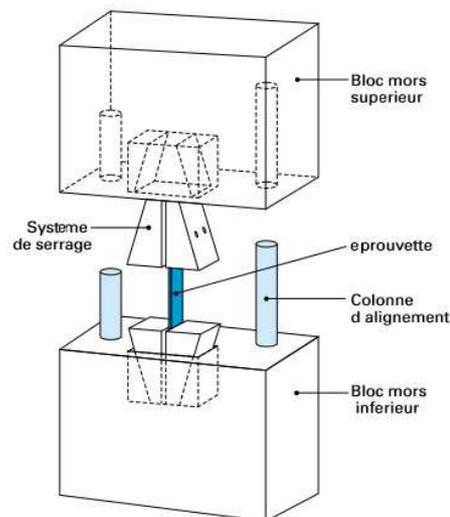


Figure 107 : Schéma du montage IITRI ASTM D 3410/B (selon EN ISO 14126, méthode 1) [2]

V.2 Résultats

Seules 5 éprouvettes ont été équipées de jauges. Le module de compression a été déterminé pour seulement les deux premières éprouvettes saines et à 1,2% de porosité et la première éprouvette à 3,0%. De plus, du fait de la forte charge appliquée sur les talons, un grand nombre d'essais n'ont pas atteint la contrainte à la rupture avant le décollement des talons. Les valeurs des paramètres déterminées à partir des essais sont visibles dans le tableau 70.

Matériau sain	x	$E_{compression}$ (GPa)	R_{\parallel}^C (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	$E_{compression}$ (GPa)	R_{\parallel}^C (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	$E_{compression}$ (GPa)	R_{\parallel}^C (MPa)
	1	35,96	X		1	35,50	693,0		1	X	X
	2	37,97	633,0		2	33,78	X		2	31,22	X
	3	X	696,9		3	X	X		3	X	X
	4	X	X		4	X	700,5		4	X	560,2
	5	X	769,9		5	X	X		5	X	623,1
	μ	36,97	700,0		μ	34,64	696,8		μ	31,22	591,6
	σ	1,42	68,9		σ	1,21	5,3		σ	X	44,5
	COV	0,039	0,098		COV	0,0323	0,008		COV	X	0,075

Tableau 70 : Résultats des essais de compression à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

Avec les essais qui ont été concluants et les résultats qui en découlent, l'hypothèse d'une influence du taux de porosité sur le module de compression est renforcée. Le module de compression diminue avec le taux de porosité, de 6,4% pour un taux de porosité de 1,2% et 15,6% pour un taux de porosité de 3,0%. Pour la contrainte à la rupture en compression, l'influence du taux de porosité est moins évidente avec aucune diminution de la contrainte pour la plaque porosité – et une diminution de 15,5% de la contrainte pour la plaque porosité +. Dans le sens longitudinal, la porosité n'a pas d'influence sur les chargements en traction mais va dégrader le comportement en compression ce qui peut s'expliquer par le fait que la résine a plus d'influence en compression plutôt qu'en traction. La figure 108 présente le module de compression en fonction du taux de porosité. Vu qu'il n'y a pas beaucoup de données, les courbes de confiance à 95% du modèle sont très espacées.

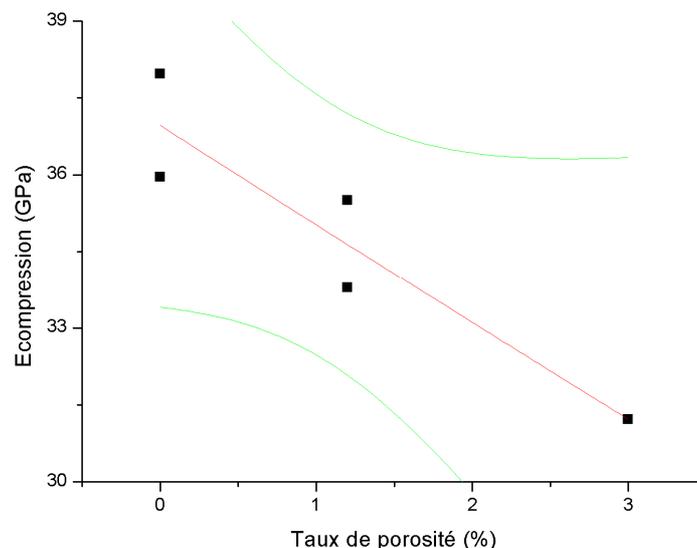


Figure 108 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de compression en fonction du taux de porosité

VI. Essai de cisaillement – Flexion 3 points appuis rapprochés

VI.1 Protocole d'essai

L'essai de flexion 3 point avec appuis rapprochés est défini par la norme NF EN ISO 14130 et permet de mesurer les modules et contraintes de cisaillement hors-plan dans le sens longitudinal avec des essais sur éprouvettes à 0°, et dans le sens transversal avec des essais sur éprouvettes à 90°. Le fait de réduire la distance entre les deux appuis permet de conserver les efforts tranchants qui génèrent les contraintes de cisaillement et de réduire les contraintes normales de flexion. Cependant, il est difficile d'éliminer totalement les contraintes normales de flexion et c'est pour cela que l'essai de flexion 3 points avec appuis rapprochés ne permet pas d'avoir une mesure très précise de ces modules de cisaillement hors plan. Le schéma de l'essai est visible sur la figure 109 et les dimensions des éprouvettes sont énumérées sur le tableau 71. Les dimensions de l'éprouvette sont définies en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette. L'essai se fait à une vitesse de flèche de 0,5 mm/min.

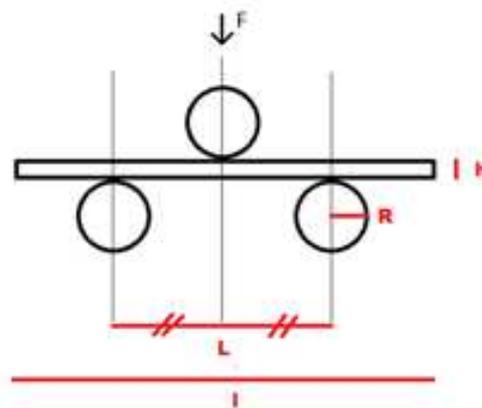


Figure 109 : Schéma du montage de flexion 3 points – appuis rapprochés

Dimensions	Valeurs en mm
L longueur de l'éprouvette	10h = 20
B largeur de l'éprouvette	5h = 10
H épaisseur de l'éprouvette	2 (sain) et 2,8 (porosité)
L distances entre les appuis	5h = 10
R rayon des appuis	2

Tableau 71 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points appuis rapprochés

La contrainte de cisaillement interlaminaire est définie par l'épaisseur h et la largeur B de l'éprouvette, ainsi que l'effort appliqué F tels que :

$$\tau_{nl} \text{ ou } \tau_{nt} = \frac{3F}{4Bh} \quad (66)$$

Les modules de cisaillement G_{13} et G_{23} sont déterminés à l'aide d'une formule corrigée [3] [4] [5] qui est fonction de l'effort appliqué F , la flèche f , les dimensions B et h de l'éprouvette, la distance D entre appuis et le module de rigidité E_{11} et E_{22} tels que :

$$f = \frac{FD^3}{4E_{11}Bh^3} + \frac{3FD}{10G_{13}Bh} \quad \text{et} \quad f = \frac{FD^3}{4E_{22}Bh^3} + \frac{3FD}{10G_{23}Bh} \quad (67)$$

VI.2 Résultats

VI.2.1 Essai à 0°

Les essais de flexion 3 point en appuis rapprochés sur des éprouvettes à 0° permettent de déterminer les propriétés mécaniques en cisaillement hors plan dans le sens longitudinal, soit le module de cisaillement interlaminaire G_{13} et τ_{nl} la contrainte à la rupture en cisaillement hors plan. Le module est déterminé avec la flèche mesurée par le capteur de la traverse mobile et un capteur LVDT placé sur le montage. La mesure de la flèche avec le capteur LVDT est bien plus précise que celle avec le capteur traverse car elle prend en compte les changements de comportement mécanique en cours d'essai.

Les résultats des essais à 0° sont présentés dans le tableau 72 ainsi que la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation pour les deux paramètres caractérisés.

	x	G_{13} (GPa)	G_{13} (GPa)	τ_{nl} (MPa)		x	G_{13} (GPa)	G_{13} (GPa)	τ_{nl} (MPa)		x	G_{13} (GPa)	G_{13} (GPa)	τ_{nl} (MPa)
	Traverse	LVDT	Traverse	LVDT		Traverse	LVDT	Traverse	LVDT					
Matériau sain	1	1,073	2,421	64,6	Matériau avec 1,2 % de porosité	1	0,998	2,084	61,4	Matériau avec 3,0 % de porosité	1	0,700	1,100	63,7
	2	1,214	2,364	65,8		2	0,899	1,973	62,8		2	0,731	2,258	72,3
	3	1,106	3,063	64,8		3	0,828	1,754	61,7		3	0,666	1,433	69,1
	4	1,059	2,959	64,3		4	0,866	2,108	65,2		4	0,675	1,781	67,4
	5	1,048	2,658	64,5		5	0,815	1,790	65,1		5	0,714	1,813	70,1
	μ	1,100	2,688	64,8		μ	0,881	1,942	63,2		μ	0,697	1,677	68,5
	σ	0,067	0,311	0,587		σ	0,073	0,164	1,82		σ	0,027	0,436	3,22
	C o v	0,061	0,116	0,009		C o v	0,083	0,084	0,029		C o v	0,039	0,260	0,047

Tableau 72 : Résultats des essais de flexion 3 points appuis rapprochés à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

Le taux de porosité semble avoir une influence sur le module de cisaillement interlaminaire G_{13} que ce soit avec la valeur mesurée par le capteur traverse et le capteur LVDT. Le module de cisaillement diminue de 27,8% avec 1,2% de porosité et 37,8% avec 3,0% de porosité. Par contre le taux de porosité ne semble pas avoir d'influence sur la contrainte à la rupture en cisaillement hors plan τ_{nt} avec une contrainte à la rupture qui diminue entre 0 et 1,2% de porosité et augmente entre 1,2% et 3,0% de porosité.

VI.2.1.1 Analyse de la variance pour le module de cisaillement G_{13}

L'analyse de la variance des valeurs du module de cisaillement interlaminaire, dont les résultats sont visibles sur le tableau 73, confirme le fait que le taux de porosité a une influence statistiquement significative sur le module de cisaillement.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	2,7447E6	1,3724E6	13,14678	9,4693E-4
Intra-facteur	12	1,2527E6	104390,2		
Total	14	3,9974E6			

Tableau 73 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement interlaminaire G_{13}

L'influence du taux de porosité sur le module de cisaillement interlaminaire est définie à l'aide d'un modèle polynomiale d'ordre 2, dont l'équation est indiquée ci-dessous, et est visible sur la figure 110.

$$G_{13} = 2,69 - 0,811P\% + 0,158P\%^2 \quad (68)$$

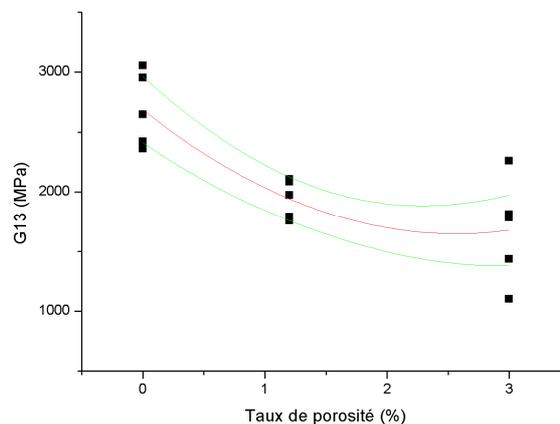


Figure 110 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement interlaminaire G_{13} en fonction du taux de porosité

VI.2.2 Essai à 90°

Les essais de flexion 3 point en appuis rapprochés sur des éprouvettes à 90° permettent de déterminer les propriétés mécaniques en cisaillement hors plan dans le sens transverse, soit le module de cisaillement interlaminaire G_{23} et τ_{nt} la contrainte à la rupture en cisaillement hors plan.

Les résultats des essais à 90° sont énumérés dans le tableau 74 ainsi que la valeur moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation pour les deux paramètres caractérisés.

De même que pour le sens longitudinal, le taux de porosité semble avoir une influence sur le module de cisaillement interlaminaire G_{23} mais pas sur la contrainte à la rupture en cisaillement interlaminaire τ_{nt} . Le module de cisaillement diminue de 17,2% avec 1,2% de porosité et 34,5% avec 3,0% de porosité alors que la contrainte à la rupture n'évolue pas avec le taux de porosité. Une analyse de la variance est faite pour valider ou non l'influence du taux de porosité sur G_{23} .

Matériau sain	x	G_{23} (GPa) Traverse	G_{23} (GPa) LVDT	τ_{nt} (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	G_{23} (GPa) Traverse	G_{23} (GPa) LVDT	τ_{nt} (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	G_{23} (GPa) Traverse	G_{23} (GPa) LVDT	τ_{nt} (MPa)
	1	0,824	0,978	11,7		1	0,741	1,010	12,5		1	0,736	0,943	12,8
	2	x	x	14,3		2	0,644	1,175	12,6		2	0,595	0,793	13,5
	3	x	x	12,8		3	0,721	1,057	12,7		3	0,653	1,000	12,9
	4	x	x	11,9		4	0,765	1,357	15,2		4	0,633	0,787	13,1
	5	1,038	1,686	14,3		5	0,577	0,915	12,9		5	0,621	0,840	12,8
	μ	0,931	1,332	13,0		μ	0,690	1,103	13,2		μ	0,648	0,873	13,0
	σ	0,151	0,501	1,25		σ	0,078	0,170	1,14		σ	0,054	0,095	0,295
	c o v	0,163	0,376	0,097		c o v	0,527	0,154	0,086		c o v	0,083	0,109	0,023

Tableau 74 : Résultats des essais de flexion 3 points appuis rapprochés à 90° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité

VI.2.2.1 Analyse de la variance du module de cisaillement interlaminaire G_{23}

L'analyse de la variance des valeurs du module de cisaillement interlaminaire G_{23} , dont les résultats sont visibles sur le tableau 75, confirme le fait que le taux de porosité a une influence statistiquement significative sur le module de cisaillement avec une valeur p-value inférieur au niveau de confiance de l'étude.

Source	F	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	119367,1	59688,1	9,2120	0,00665
Intra-facteur	9	58314,2	6479,3		
Total	11	177690,3			

Tableau 75 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement interlaminaire G_{23}

Cette influence du taux de porosité est donc modélisée avec une fonction polynôme d'ordre 2 qui est très proche d'un modèle linéaire, qui est illustré sur la figure 111 et dont l'équation est définie telle que :

$$G_{23} = 1,30 - 0,144P\% \quad (69)$$

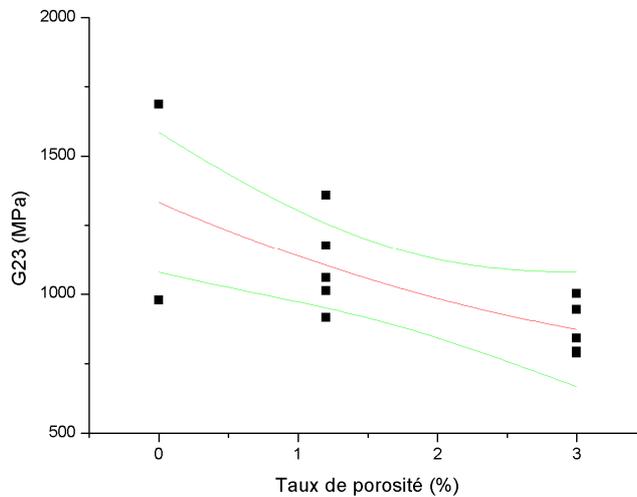


Figure 111 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement interlaminaire G_{23} en fonction du taux de porosité

VII. Essai de flexion 3 points

Des essais statiques de flexion 3 points sont mis en place afin de déterminer l'influence du plissement en statique et de valider le modèle numérique du projet. Ces essais de flexion 3 points permettent aussi de caractériser la contrainte à la rupture en flexion 3 points qui sera utilisé pour définir les paramètres des essais de fatigue également en flexion 3 points.

VII.1 Protocole d'essais

Le schéma du montage de flexion 3 points est présenté sur la figure 112 avec les dimensions de l'éprouvette en rouge qui sont aussi énumérées dans le tableau 76. Seuls des essais avec des éprouvettes à 0° sont effectués pour cette campagne.

Pour effectuer cet essai, la norme NF EN ISO 14125 a été utilisée°. Les essais sont effectués à une vitesse de flèche de 0,5 mm/min afin d'avoir une vitesse de déformation proche de 1 %/min, et une précharge de 10N est effectuée.

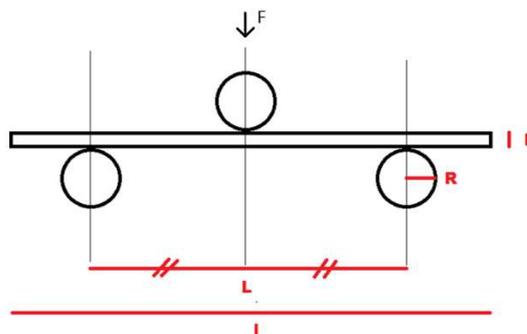


Figure 112 : Schéma du montage de flexion 3 points

Dimensions	Valeurs en mm
L longueur de l'éprouvette	60
B largeur de l'éprouvette	15
H épaisseur de l'éprouvette	2 (sain) et 2,8 (porosité)
L distances entre les appuis	40
R rayon des appuis	5

Tableau 76 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points

VII.2 Résultats

L'étude statique en flexion 3 points se fait sur les 5 matériaux du projet, à savoir :

1. le matériau sain ;
2. les matériaux avec 1,2% de porosité ;
3. les matériaux avec 3,0% de porosité ;
4. les matériaux avec un grand plissement P2, de longueur 10mm, avec 2,1% de porosité autour du plissement ;
5. les matériaux avec un petit plissement P1, de longueur 6 mm, avec 1,4% de porosité autour du plissement.

Elle sera complétée avec des plaques, saines et avec plissement, mises en œuvre sous infusion afin de caractériser l'influence du plissement seul. A partir de cet essai, la contrainte à la rupture en flexion et le module de flexion sont calculés. Le module de flexion se mesure comme le module de rigidité pour les essais de traction, à savoir en calculant la pente de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation entre 0,0005 et 0,0025 de déformation.

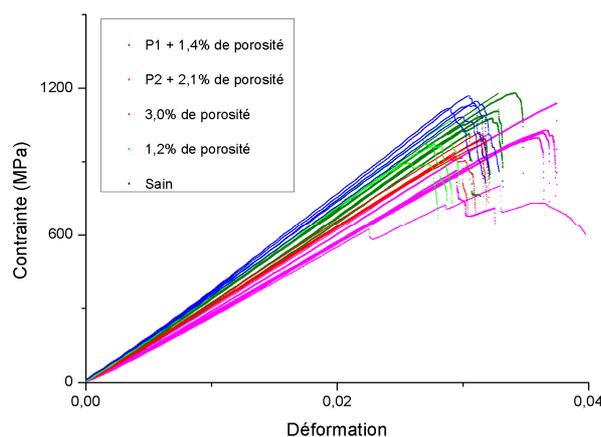


Figure 113 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points des 5 matériaux du projet, les 2 plissements P1 et P2, les 2 matériaux avec un taux de porosité de 1,2% et 3,0%, et le matériau sain

La figure 113 présente les résultats des essais de flexion 3 points pour les 5 matériaux du projet. Le comportement des courbes des 5 matériaux ont une même tendance avec une différence de pente et de contrainte à la rupture.

VII.2.1 Influence du taux de porosité

Les résultats des essais de flexion 3 points sur le matériau sain et sur les matériaux avec 1,2 % de taux de porosité et 3,0%, sont présentés dans le tableau 77 et les courbes des essais sont illustrées sur la figure 114. Tout comme dans les autres cas de chargement, le taux de porosité semble avoir une influence sur le comportement mécanique du matériau en flexion 3 points. Le module de flexion diminue de 2,2% entre 0% et 1,2% de porosité, et de 11,6% entre 1,2% et 3,0% de porosité. La contrainte à la rupture semble aussi être influencée par la présence de pores avec une diminution de 12,4% entre 0% et 1,2% de porosité, et de 3,7% entre 1,2% et 3,0% de porosité. Les essais présentent une certaine variabilité mais les coefficients de variation restent faibles en dessous de 7%.

Matériau sain	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau avec 1,2 % de porosité	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau avec 3,0 % de porosité	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)
	1	33,42	1168,4		1	32,61	1034,8		1	28,22	917,2
	2	33,92	1119,9		2	33,31	990,9		2	29,00	996,8
	3	32,65	1146,3		3	32,32	974,2		3	29,24	991,6
	4	33,96	1093,8		4	32,91	1067,8		4	28,53	905,3
	5	32,46	1131,1		5	31,75	894,5		5	29,07	969,1
	μ	33,28	1131,9		μ	32,58	992,4		μ	28,81	956,0
	σ	0,70	28,0		σ	0,59	65,9		σ	0,42	42,4
	COV	0,021	0,0247		COV	0,018	0,0664		COV	0,014	0,0443

Tableau 77 : Résultats des essais de flexion 3 point pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité

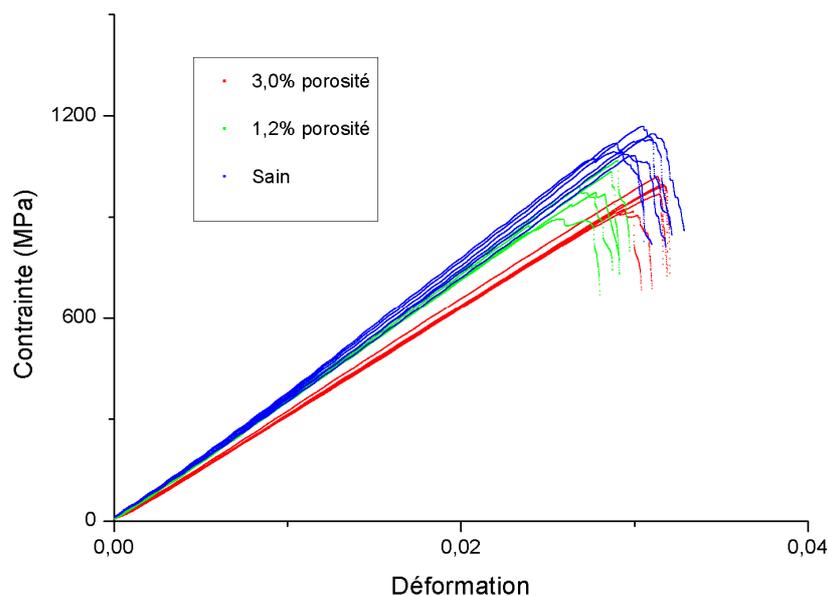


Figure 114 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un taux de porosité de 1,2% et 3,0%, et le matériau sain

VII.2.1.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture en flexion 3 points

Le taux de porosité a bien une influence statistiquement significative sur la contrainte à la rupture en flexion 3 points comme le confirme l'analyse de la variance, dont les résultats sont visibles dans le tableau 78, avec une valeur de p-value bien inférieure au niveau de confiance (de 0,05). La figure 115 présente les valeurs des contraintes à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sain et les deux matériaux avec de la porosité.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	86196,29	43098,15	18,660	2,0748E-4
Intra-facteur	12	27716,21	2309,68		
Total	14	113912,50			

Tableau 78 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en flexion 3 points en fonction du taux de porosité

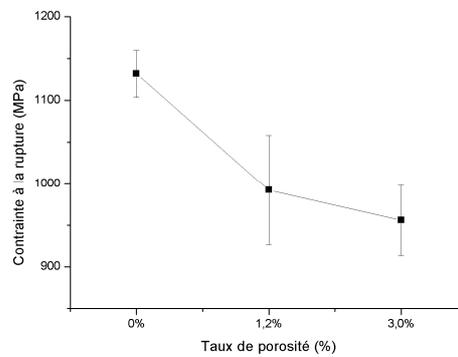


Figure 115 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité

L'influence du taux de porosité est identifiée à travers un modèle linéaire présenté sur la figure 116 et dont l'équation 70 est définie ci-dessous. Un modèle polynomial donne des tendances qui ne sont pas en accord avec la physique avec une contrainte à la rupture qui augmenterait pour les taux de porosité proche de 3,0%.

$$\sigma_{flexion}^{rupture} = 1104,6237 - 55,603P\% \quad (70)$$

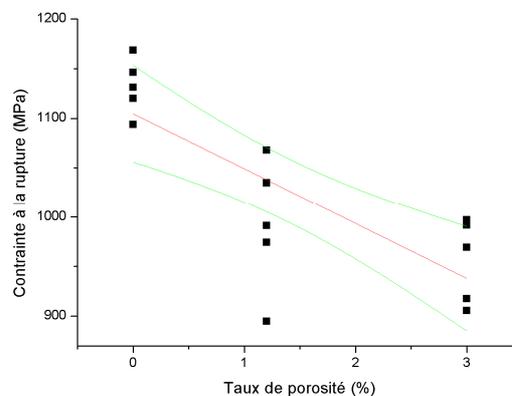


Figure 116 : Modèle linéaire (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en flexion 3 points en fonction du taux de porosité

VII.2.1.2 Analyse de la variance pour le module de flexion

Le module de flexion est influencé par le taux de porosité comme illustré sur la figure 117 avec le graphique avec barres d'erreurs du module de flexion en fonction du taux de porosité.

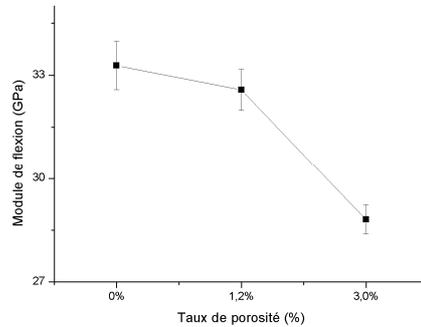


Figure 117 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité

L'analyse de la variance des valeurs des modules de flexion, dont les résultats sont visibles dans le tableau 79 montre que le taux de porosité a bien une influence statistiquement significative sur le module de flexion avec une valeur p-value bien inférieure au niveau de confiance.

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	57,785	285,8929	85,080	8,1726E-8
Intra-facteur	12	4,0751	0,3396		
Total	14	61,8610			

Tableau 79 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du taux de porosité

Pour caractériser l'influence du taux de porosité sur le module de flexion, un modèle polynomial d'ordre 2 est appliqué, dont l'équation 71 est visible ci-dessous, et est visible sur la figure 118 avec les deux courbes à 95% de confiance.

$$E_f = 33,282 + 0,0183P\% - 0,5028P\%^2 \quad (71)$$

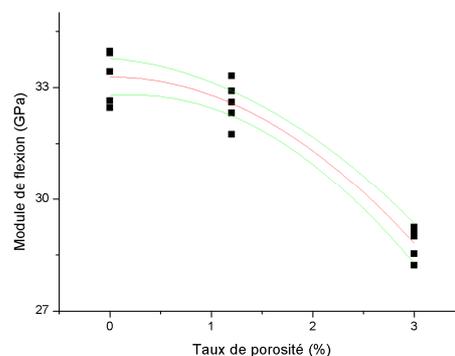


Figure 118 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction du taux de porosité

VII.2.2 Influence du plissement avec porosité

Les résultats des essais de flexion 3 points pour le matériau sain, ainsi que pour les deux matériaux avec un plissement, sont présentés dans le tableau 80 et sur la figure 119. Pour rappel, le petit plissement a une longueur de 6 mm avec une hauteur de 0,28 mm avec un taux de porosité autour du plissement de 1,4 % dû au procédé de mise en œuvre où l'air reste bloqué au niveau de ce défaut. Le grand plissement a une longueur de 10 mm pour une hauteur de 0,5 mm et un taux de porosité autour de lui de 2,4%.

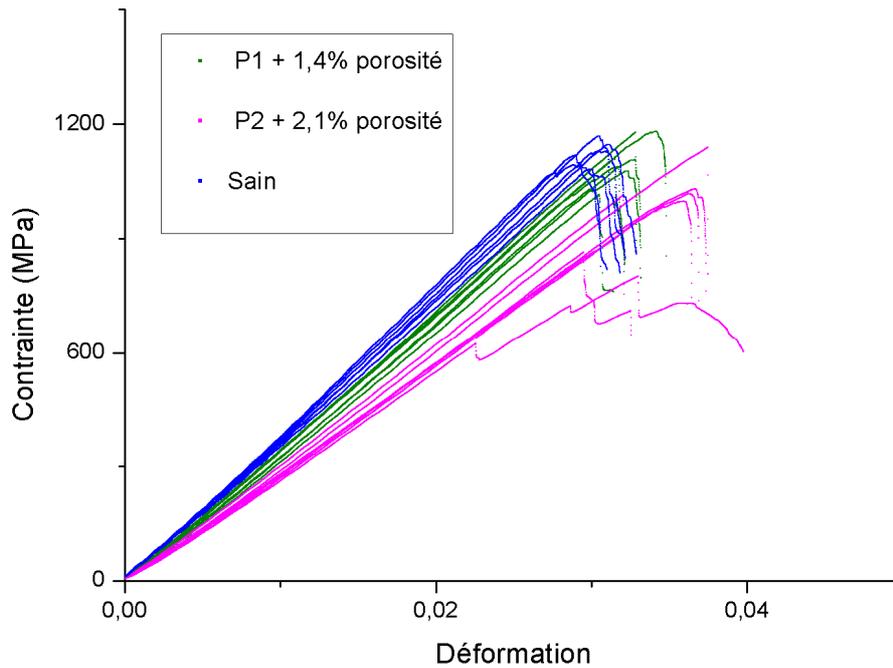


Figure 119 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un plissement P1 et un plissement P2, et le matériau sain

Matériau sain	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau P1 + 1,4% porosité	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau P2 + 2,1% porosité	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)
	1	33,42	1168,4		1	30,73	1111,8		1	27,60	1013,8
	2	33,92	1119,9		2	28,84	1016,1		2	22,75	802,6
	3	32,65	1146,3		3	27,21	1089,4		3	25,30	865,7
	4	33,96	1093,8		4	29,46	1106,8		4	25,76	997,5
	5	32,46	1131,1		5	30,73	1071,6		5	25,44	1018,4
	μ	33,28	1131,9		μ	29,53	1079,1		μ	25,37	939,6
	σ	0,70	28,0		σ	1,66	38,6		σ	1,73	99,1
	COV	0,0210	0,0247		COV	0,0562	0,0358		COV	0,0682	0,105

Tableau 80 : Résultats des essais de flexion 3 points pour le matériau sain, avec un petit plissement P1+1,4% de porosité et avec un grand plissement P2+2,1% de porosité

Les valeurs calculées des paramètres caractéristiques semblent indiquer que le plissement, et les dimensions de celui-ci, ont une influence sur le comportement mécaniques en flexion 3 points. Le module en flexion diminue de 11,3% pour le plissement P1 et 23,8% pour le plissement P2, et la contrainte à la rupture diminue de 4,7% pour le plissement P1 et 17% pour le plissement P2. Cette influence est bien sûr modulée quantitativement en fonction du volume occupé par le plissement par rapport au volume global de l'éprouvette (ou de la pièce).

VII.2.2.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture

La figure 120 présentent le graphique avec les barres d'erreurs des valeurs de la contrainte à la rupture en flexion 3 points en fonction de la présence ou non d'un plissement ainsi que la longueur du plissement. Il semble évident que le plissement influe sur la contrainte à la rupture. Cela est confirmé par l'analyse de la variance dont les résultats sont visibles sur la tableau 81 avec une valeur p-value inférieure au niveau de confiance.

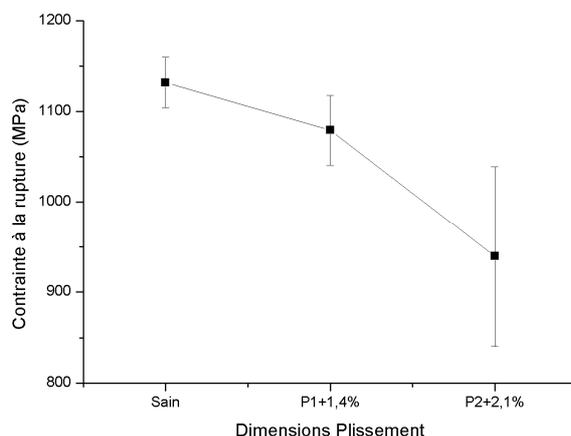


Figure 120 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sain, avec un plissement P1 et un plissement P2

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	98723,86	49361,93	12,248	0,00127
Intra-facteur	12	48401,47	4033,46		
Total	14	147125,34			

Tableau 81 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en flexion 3 points en fonction du plissement

Afin de définir l'influence de la présence du plissement et de sa taille sur la contrainte à la rupture en flexion 3 points, un modèle polynomiale d'ordre 2, dont l'équation 72 est présentée ci-dessous, est appliqué aux données expérimentales. Ce modèle est représenté sur la figure 121.

$$\sigma_{flexion}^{rupture} = 1131,9 + 16,35L_{plissement} - 4,191L_{plissement}^2 \quad (72)$$

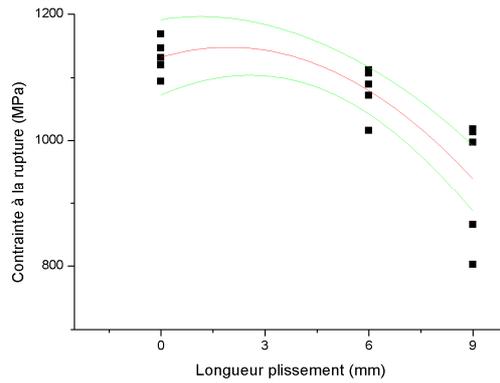


Figure 121 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en flexion 3 points en fonction de la longueur du plissement

VII.2.2.2 Analyse de la variance du module de flexion

Les résultats du module de flexion en fonction du plissement sont présentés sur le graphique avec barres d'erreurs à la figure 122. Le plissement a une influence certaine sur le module de flexion avec une diminution de celui-ci avec l'augmentation de la taille du plissement. Cette hypothèse est confirmée de manière significative par l'analyse de la variance dont les résultats sont visibles dans le tableau 82.

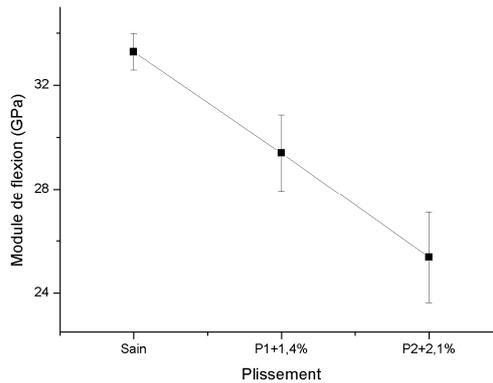


Figure 122 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sain, avec un plissement P1 et un plissement P2

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	156,5147	78,257	41,532	4,0454E-6
Intra-facteur	12	22,611	1,884		
Total	14	179,1257			

Tableau 82 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du plissement

L'effet du plissement, et de ses dimensions, sur le module de flexion est caractérisé à l'aide d'un modèle polynomial d'ordre 2 qui est présenté sur la figure 123 et dont l'équation est :

$$E_f = 33,282 - 0,18578L_{\text{plissement}} - 0,077L_{\text{plissement}}^2 \quad (73)$$

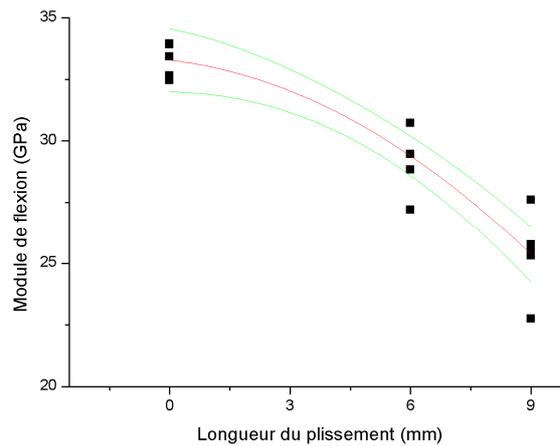


Figure 123 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction de la longueur du plissement

VII.2.3 Influence du plissement sans porosité (sous infusion)

Afin de caractériser l'influence du plissement sans porosité, 3 plaques sont mises en œuvre sous infusion, 1 plaque saine et 2 plaques avec plissement. En effet l'infusion permet d'obtenir des plaques quasiment sans porosité. Le plissement P1 a une longueur de 5,34 mm en moyenne et une hauteur de 0,36 mm en moyenne, et le plissement P2 a une longueur de 8,84 mm en moyenne et une hauteur de 0,70 mm en moyenne. Les dimensions des plissements sous infusion sont légèrement inférieures à celles des plissements sous étuve ce qui doit être pris en compte pour comparer les résultats.

Les résultats des essais de flexion 3 points sont illustrés sur la figure 124 avec les courbes de la contrainte en fonction de la déformation de chaque essai pour le matériau sain et les deux avec plissements P1 et P2. Les essais semblent avoir une bonne répétabilité avec peu de variation entre les différents essais de chaque matériau. La différence entre les courbes des trois matériaux montre bien l'influence du plissement et de sa taille sur le comportement mécanique.

Les valeurs des paramètres caractéristiques du comportement du matériau en flexion 3 points, à savoir le module de flexion et la contrainte à la rupture en flexion, sont présentées dans le tableau 83.

Les résultats ont peu de variabilité avec un coefficient de variation maximum de 10,1% pour la contrainte à la rupture et de 6,4% pour le module de flexion. Les valeurs montrent l'influence du plissement sous infusion sur le module de flexion, avec une diminution de 27% pour le plissement P1 et de 40,9% pour le plissement P2, et la contrainte à la rupture avec une diminution de 13,2% pour le plissement P1 et de 26,4% pour le plissement P2. Il faut toujours considérer que ces résultats ne sont valables quantitativement que pour le ratio volume plissement par rapport au volume éprouvette.

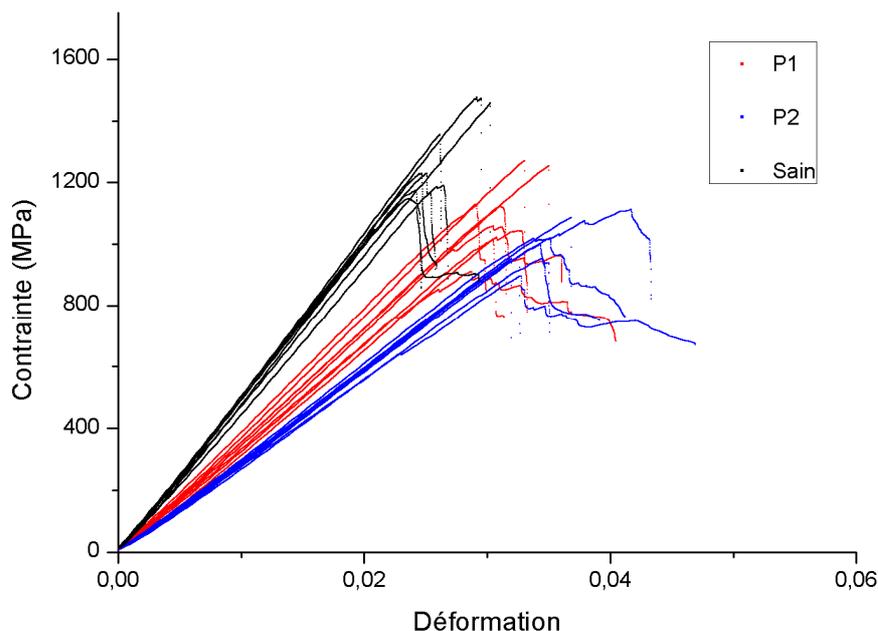


Figure 124 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un plissement P1 et un plissement P2, et le matériau sain, mises en œuvre sous infusion

La baisse des propriétés mécaniques en flexion 3 points pour les plissements sous infusion est légèrement supérieure à ceux des plissements avec porosité. Seulement le matériau sain sous infusion a des valeurs de module et de contrainte à la rupture supérieures ce qui explique que les valeurs de diminution soient supérieures. Du fait que les tendances soient les mêmes pour le plissement avec porosité et le plissement sans porosité, l'influence du plissement seul est confirmée dans le cas où il y a des porosités autour du plissement.

Matériau sain infusion	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau P1 infusion	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)	Matériau P2 infusion	x	$E_{flexion}$ (GPa)	$R_{flexion}$ (MPa)
	1	42,15	1229,8		1	31,05	1042,8		1	27,69	909,8
	2	44,54	1190,4		2	33,87	1269,9		2	26,39	1017,3
	3	46,73	1228,9		3	29,29	1016,1		3	26,22	962,4
	4	43,74	1147,5		4	32,36	1058,1		4	24,06	951,9
	5	46,87	1457,5		5	35,60	1128,0		5	25,73	952,0
	6	44,32	1475,8		6	32,64	1121,5		6	26,47	895,4
	7	40,76	1356,8		7	30,96	1254,3		7	26,14	1001,1
	μ	44,16	1298,1		μ	32,25	1127,2		μ	26,10	955,7
	σ	2,23	131,8		σ	2,08	100,7		σ	1,08	44,1
COV	0,0505	0,1015	COV	0,0644	0,0892	COV	0,0416	0,0461			

Tableau 83 : Résultats des essais de flexion 3 points avec les plaques mises en œuvre sous infusion

VII.2.3.1 Analyse de la variance de la contrainte à la rupture

Les valeurs de la contrainte à la rupture en fonction du plissement sont illustrées sur la figure 125 avec le graphique avec barres d'erreur. Ce graphique confirme l'hypothèse que le plissement sous infusion a une influence sur la contrainte à la rupture. Cette hypothèse est validée par l'analyse de la variance, dont les résultats sont visibles dans le tableau 84, avec une valeur p-value bien inférieure au niveau de confiance.

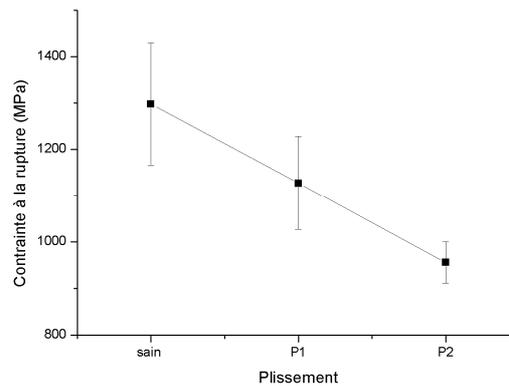


Figure 125 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contrainte à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sous infusion sain, avec un plissement P1 et un plissement P2

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	410332,7	205166,4	20,908	2,0233E-5
Intra-facteur	12	176628,3	9812,7		
Total	14	586961,1			

Tableau 84 : Tableau ANOVA pour la contrainte à la rupture en fonction du plissement sous infusion

L'influence du plissement et de ses dimensions est définie avec un modèle polynomial d'ordre 2, qui est illustré sur la figure 126 et dont l'équation est :

$$\sigma_{flexion}^{rupture} = 1298,1 - 29,33L_{plissement} - 0,968L_{plissement}^2 \quad (74)$$

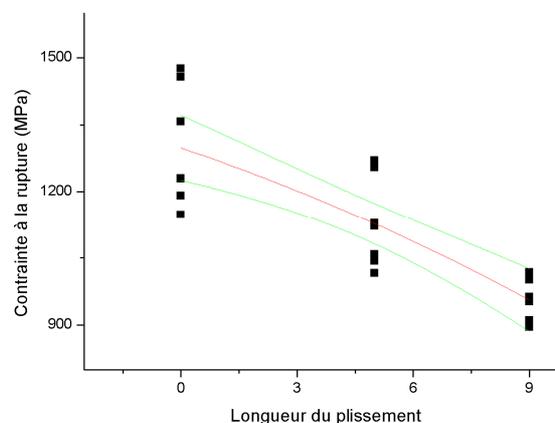


Figure 126 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en fonction de la longueur du plissement

VII.2.3.2 Analyse de la variance du module de flexion

Les résultats du module de flexion pour les 3 matériaux sont présentés sur le graphique avec barres d'erreur de la figure 127. Le graphique montre que le plissement sous infusion a surement une influence sur le module de flexion. L'analyse de la variance, dont les résultats sont illustrés sur le tableau 85, confirme cette hypothèse.

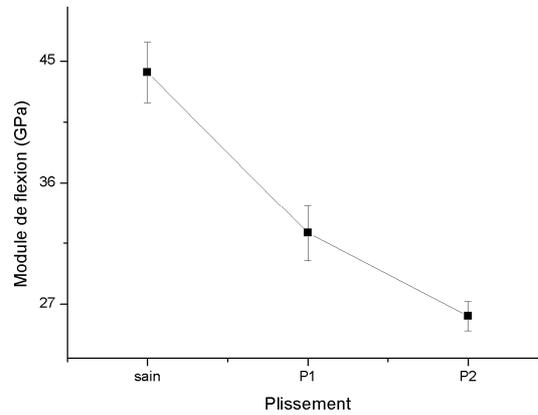


Figure 127 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sous infusion sain, avec un plissement P1 et un plissement P2

Source	DF	Somme des carrés	Variance	F	p-value
Inter-facteurs	2	1180,0032	590,00	169,012	2,1583E-12
Intra-facteur	12	62,8353	3,4908		
Total	14	1242,839			

Tableau 85 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du plissement sous infusion

L'influence du plissement et de ses dimensions est donc identifiée avec un modèle polynomial d'ordre 2, dont l'équation est présentée ci-dessous, qui est visible sur la figure 128.

$$E_f = 44,158 - 2,849L_{\text{plissement}} + 0,0937L_{\text{plissement}}^2 \quad (75)$$

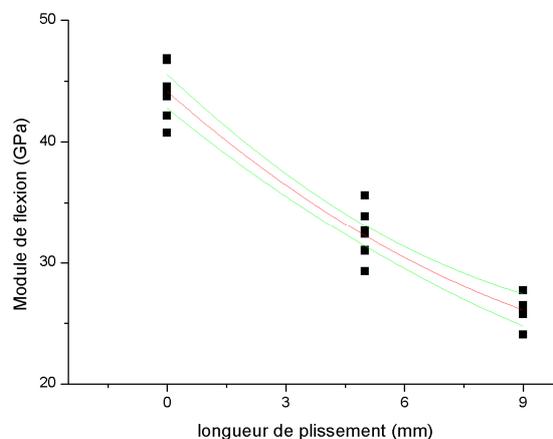


Figure 128 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction de la longueur du plissement

VIII. Conclusion de la campagne d'essais quasi-statique

Afin d'identifier et d'analyser l'influence des défauts de porosité et de plissement sur le comportement mécanique d'un composite stratifié, une série d'essais quasi-statique a été réalisée afin de mesurer les paramètres mécaniques caractéristiques du matériau sain et avec défauts. Ces paramètres correspondent aux paramètres d'un modèle orthotrope élastique linéaire qui permettra de modéliser le stratifié par la suite, mais aussi aux paramètres mécaniques en flexion. Les essais quasi-statiques utilisés dans cette étude sont définis par des normes qui précisent le protocole à mettre en place pour chaque essai. Une fois les essais réalisés, les résultats sont analysés statistiquement à l'aide d'une analyse de la variance pour confirmer si l'influence du défaut observé sur un paramètre est statistiquement significative compte tenu de la variabilité induite par l'essai et le matériau. Si le défaut a une influence statistiquement significative sur le paramètre, un modèle linéaire ou polynomial d'ordre 2 est appliqué afin de définir cette influence. Le tableau 86 synthétise les résultats des analyses de l'influence du défaut de porosité, à travers des essais à 1,2% de porosité et 3,0% de porosité, et l'influence du défaut de plissement avec des essais avec un petit plissement P1 et un grand plissement P2. Pour chaque paramètre mécanique caractéristique, le tableau indique la baisse de la valeur du paramètre. Lorsque le défaut a une influence statistiquement significative, le tableau représente la valeur sur un fond vert. Le fond vert clair correspond à une influence moyenne qui implique une baisse de valeur inférieure à 20% et le fond vert foncé correspond à une influence forte du défaut qui implique une baisse de propriété supérieure à 20%.

Pour le défaut de porosité, l'influence des pores est significative dans toutes les directions de chargement, que ce soit dans le sens longitudinal, transversale, en cisaillement ou hors-plans. Les modules de rigidité, qui ont des baisses de valeurs allant jusqu'à 15% en compression, sont moins impactés par la présence de pores que les modules de cisaillement qui ont des baisses de valeurs allant jusqu'à 38% pour un taux de porosité de 3,0%. Cela est attendu car ce dernier paramètre est lié davantage à la résine. Cependant, les contraintes à la rupture en cisaillement interlaminaire ne sont pas impactées alors que les modules le sont. Le module d'Young n'est pas très sensible au taux de porosité mais les modules de rigidité transverse et en compression le sont un peu, tout comme les contraintes à la rupture en traction longitudinale, transversale et en compression. La porosité influence donc le comportement mécanique d'un composite stratifié, particulièrement en cisaillement, mais aussi le comportement à la rupture de manière générale ce qui est aussi attendu compte tenu de l'interaction forte entre des défauts et les contraintes qui vont probablement développer de la fissuration.

L'étude en flexion 3 points permet de confirmer l'influence de la porosité sur le comportement mécanique, mais elle permet aussi d'identifier l'influence du défaut de plissement sur le comportement mécanique d'un composite stratifié. Les essais mettent en évidence le fait que le défaut de plissement a une influence plus importante sur le comportement en flexion 3 point que le défaut de porosité.

L'influence des défauts de porosité et de plissement est donc déterminée en quasi-statique. Une étude en fatigue est ensuite mise en place afin de confirmer ou non l'influence de ces défauts sur le comportement en fatigue.

Les modèles polynomiaux construits à partir de cette campagne d'essais permettent d'estimer les effets du taux de porosité et des plissements sur les propriétés mécaniques en comportement élastique linéaire orthotrope ou à la rupture. A partir d'une mesure du taux de porosité par US, par exemple, il est ainsi possible d'estimer directement les propriétés mécaniques du matériau et de valider ou non si celles-ci sont acceptables.

	Diminution de la valeur moyenne		Diminution de la valeur moyenne	
	1,2%	3,0%	P1	P2
E_{11} (GPa)	X	X	X	X
E_{22} (GPa)	2,3%	10,7%	X	X
$E_{\text{compression}}$ (GPa)	6,4%	15,6%	X	X
G_{12} (GPa)	23,1%	38,4%	X	X
G_{13} (GPa)	27,8%	37,8%	X	X
G_{23} (GPa)	17,2%	34,5%	X	X
ν_{12}	8,5%	8,6%	X	X
ν_{21}	X	X	X	X
R_{\parallel}^t (MPa)	4,6%	14,4%	X	X
R_{\perp}^t (MPa)	20,1%	27,6%	X	X
$R_{\perp\parallel}$ (MPa)	9,3%	16,0%	X	X
R_{\parallel}^c (MPa)	0%	15,5%	X	X
τ_{nl} (MPa)	X	X	X	X
τ_{nt} (MPa)	X	X	X	X
E_{flexion} (GPa)	2,2%	11,8%	11,3%	23,8%
R_{flexion} (MPa)	12,4%	15,6%	4,7%	17%

Tableau 86 : Récapitulatif de l'influence du défaut de porosité et de plissement sur les paramètres mécaniques pour divers cas de chargement

Bibliographie

- [1] M. J. Hinton, A. S. Kaddour et P. D. Soden, «Failure Criteria in Fibre Reinforced Polymer Composites : The world-wide failure exercise,» *Composite Science and Technology*, 2004.
- [2] K. P., «Essais des plastiques renforcés,» Techniques de l'Ingénieur, 1997.
- [3] M. A. Mbacke, «Caractérisation et modélisation du comportement mécanique des composites tressés 3D : Application à la conception de réservoirs GNV,» 2013.
- [4] J. Renard, «Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère,» Hermes, 2005.
- [5] D. Rouby, «Introduction aux matériaux composites - M6 Propriétés mécaniques des composites dans la pratique des essais,» 2005.

Table des figures

Figure 83 : Schéma du repère du modèle orthotrope	128
Figure 84 : Principe du test de Dixon	133
Figure 85 : Dimensions des éprouvettes de traction.....	134
Figure 86 : Schéma de chargement des 3 essais de traction	134
Figure 87 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à 0°	135
Figure 88 : Graphique des modules d'Young E11 pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite	137
Figure 89 : Graphique des coefficients de poisson ν_{12} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite	138
Figure 90 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le coefficient de poisson ν_{12} en fonction du taux de porosité	139
Figure 91 : Graphique des contraintes à la rupture $R \parallel t$ pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs.....	140
Figure 92 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture $R \parallel t$ en fonction du taux de porosité	140

Figure 93 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à 90°	141
Figure 94 : Graphique des modules de rigidité E_{22} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité, avec barres d'erreurs à gauche et avec valeurs individuelles à droite	142
Figure 95 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de rigidité E_{22} en fonction du taux de porosité	143
Figure 96 : Graphique, avec barres d'erreurs, des coefficients de Poisson ν_{21} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité	144
Figure 97 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture $R \perp t$ pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité	145
Figure 98 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en traction transversale $R \perp t$ en fonction du taux de porosité	146
Figure 99 : Modèle linéaire (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en traction transversale $R \perp t$ en fonction du taux de porosité	146
Figure 100 : Courbe contrainte=f(déformation) pour les essais de traction à $\pm 45^\circ$	147
Figure 101 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de cisaillement G_{12} pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3,0 % de porosité	148
Figure 102 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement G_{12} en fonction du taux de porosité.....	149
Figure 103 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en cisaillement $R \perp \parallel$ pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité	150
Figure 104 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en cisaillement $R \perp \parallel$ en fonction du taux de porosité	151
Figure 105 : Dimensions des éprouvettes de compression	151
Figure 106 : Schéma de chargement d'un essai de compression	152
Figure 107 : Schéma du montage IITRI ASTM D 3410/B (selon EN ISO 14126, méthode 1) [2].....	152
Figure 108 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de compression en fonction du taux de porosité	153
Figure 109 : Schéma du montage de flexion 3 points – appuis rapprochés.....	154
Figure 110 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement interlaminaire G_{13} en fonction du taux de porosité	156

Figure 111 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de cisaillement interlaminaire G23 en fonction du taux de porosité	158
Figure 112 : Schéma du montage de flexion 3 points.....	158
Figure 113 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points des 5 matériaux du projet, les 2 plissements P1 et P2, les 2 matériaux avec un taux de porosité de 1,2% et 3,0%, et le matériau sain	159
Figure 114 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un taux de porosité de 1,2% et 3,0%, et le matériau sain.....	160
Figure 115 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité	161
Figure 116 : Modèle linéaire (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en flexion 3 points en fonction du taux de porosité	161
Figure 117 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sain, avec 1,2 % de porosité et 3% de porosité	162
Figure 118 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction du taux de porosité	162
Figure 119 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un plissement P1 et un plissement P2, et le matériau sain.....	163
Figure 120 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contraintes à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sain, avec un plissement P1 et un plissement P2	164
Figure 121 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en flexion 3 points en fonction de la longueur du plissement.....	165
Figure 122 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sain, avec un plissement P1 et un plissement P2.....	165
Figure 123 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction de la longueur du plissement	166
Figure 124 : Courbes contrainte=f(déformation) pour les essais de flexion 3 points pour les 2 matériaux avec un plissement P1 et un plissement P2, et le matériau sain, mises en œuvre sous infusion	167
Figure 125 : Graphique, avec barres d'erreurs, des contrainte à la rupture en flexion 3 points pour le matériau sous infusion sain, avec un plissement P1 et un plissement P2.....	168
Figure 126 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour la contrainte à la rupture en fonction de la longueur du plissement	168
Figure 127 : Graphique, avec barres d'erreurs, des modules de flexion pour le matériau sous infusion sain, avec un plissement P1 et un plissement P2	169

Figure 128 : Modèle polynomiale d'ordre 2 (en rouge) et les courbes de confiance à 95% (en vert), pour le module de flexion en fonction de la longueur du plissement 169

Tableau 47 : Comparaison des différents critères de rupture pour 125 cas de chargement différents [1]	129
Tableau 48: Tableau des résultats de l'analyse de la variance.....	132
Tableau 49 : Résultats des essais de traction à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité.....	136
Tableau 50 : Tableau ANOVA pour le module d'young E11.....	136
Tableau 51 : Valeur des modules d'Young mesurés avec en rouge les valeurs qui semblent aberrants.....	137
Tableau 52 : Tableau ANOVA pour le module d'young E11	137
Tableau 53 : Valeur des coefficients de Poisson mesurés avec en rouge la valeur qui semble aberrant	138
Tableau 54 : Tableau ANOVA avant réajustement pour le coefficient de poisson ν_{12}	138
Tableau 55 : Tableau ANOVA après réajustement pour le coefficient de poisson ν_{12} ...	139
Tableau 56 : Valeur des contraintes à la rupture à 0° mesurées	140
Tableau 57 : Tableau ANOVA pour la contrainte à la rupture $R \parallel t$	140
Tableau 58: Résultats des essais de traction à 90° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité.....	142
Tableau 59 : Valeur des modules de rigidité mesurés avec en rouge les valeurs qui semblent aberrants.....	143
Tableau 60 : Tableau ANOVA avant réajustement pour le module de rigidité E_{22}	143
Tableau 61 : Tableau ANOVA après réajustement pour le module de rigidité E_{22}	143
Tableau 62 : Tableau ANOVA pour le coefficient de Poisson ν_{21}	144
Tableau 63 : Valeur des contraintes à la rupture à 90° mesurées	145
Tableau 64 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en traction transversale $R \perp t$	145
Tableau 65 : Résultats des essais de traction à 45° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité	148
Tableau 66 : Valeur des modules de cisaillement mesurés.....	149
Tableau 67 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement G_{12}	149
Tableau 68 : Valeur des contraintes à la rupture à $\pm 45^\circ$ mesurées	150
Tableau 69 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en cisaillement $R \perp \parallel$	150
Tableau 70 : Résultats des essais de compression à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité	153

Tableau 71 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points appuis rapprochés.....	154
Tableau 72 : Résultats des essais de flexion 3 points appuis rapprochés à 0° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité	155
Tableau 73 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement interlaminaire G_{13}	156
Tableau 74 : Résultats des essais de flexion 3 points appuis rapprochés à 90° pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0 % de porosité	157
Tableau 75 : Tableau ANOVA pour le module de cisaillement interlaminaire G_{23}	157
Tableau 76 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points.....	159
Tableau 77 : Résultats des essais de flexion 3 point pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité.....	160
Tableau 78 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en flexion 3 points en fonction du taux de porosité.....	161
Tableau 79 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du taux de porosité	162
Tableau 80 : Résultats des essais de flexion 3 points pour le matériau sain, avec un petit plissement P1+1,4% de porosité et avec un grand plissement P2+2,1% de porosité	163
Tableau 81 : Tableau ANOVA pour la contrainte de rupture en flexion 3 points en fonction du plissement.....	164
Tableau 82 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du plissement	165
Tableau 83 : Résultats des essais de flexion 3 points avec les plaques mises en œuvre sous infusion	167
Tableau 84 : Tableau ANOVA pour la contrainte à la rupture en fonction du plissement sous infusion	168
Tableau 85 : Tableau ANOVA pour le module de flexion en fonction du plissement sous infusion.....	169
Tableau 86 : Récapitulatif de l'influence du défaut de porosité et de plissement sur les paramètres mécaniques pour divers cas de chargement.....	171

Chapitre 4 : Caractérisation du comportement mécanique en fatigue et influence des défauts

Introduction

Les structures, telles que les pâles d'éolienne, sont des pièces qui subissent des charges répétées, aléatoires ou cycliques de plus ou moins forte intensité en superposition de leur chargement quasi-statique. C'est pour cela qu'il faut prendre en compte le phénomène de fatigue dans l'étude de la structure car il peut conduire à des ruptures sous un chargement inférieur à la limite à rupture voir élastique sous chargement statique. Il est donc aussi nécessaire de caractériser l'influence des défauts de mise en œuvre, comme la porosité ou les plissements, sur le comportement mécanique en fatigue.

I. Définition d'un essai de fatigue

Le principe d'un essai de fatigue est de répéter x fois un chargement de manière cyclique, qui est le plus souvent un chargement sinusoïdal. Il permet d'identifier le nombre de cycles nécessaire pour atteindre la rupture ou une diminution de raideur définie. Le comportement mécanique en fatigue, à l'échelle du pli, des matériaux composites stratifiés montrent une baisse des propriétés mécaniques de résistance en fatigue et une baisse de certaines rigidités lorsque le niveau de chargement ou le nombre de cycles augmente. Cette variation relative de la rigidité définit l'endommagement en fatigue. Cette chute des propriétés mécaniques est due à l'apparition d'endommagements internes qui s'amorcent au sein du composite.

L'évolution de la rigidité dépend beaucoup du type d'empilement et de la direction de chargement, mais il existe une évolution globale qui décrit l'endommagement des composites stratifiés, qui est illustrée sur la figure 129, comme l'explique Reifsnider dans ces études [1].

L'évolution de l'endommagement est généralement illustrée par une courbe dite S-N (Stress function of Number of cycle) aussi appelée courbe de Wöhler.

- Première phase d'amorçage avec naissance de micro-dommages ;
- Deuxième phase de croissance régulière et lente des dommages avec chute progressive de la rigidité de par le développement progressif des micro-dommages ;

- Troisième phase avec une baisse rapide de la rigidité qui conduit à la rupture du composite.

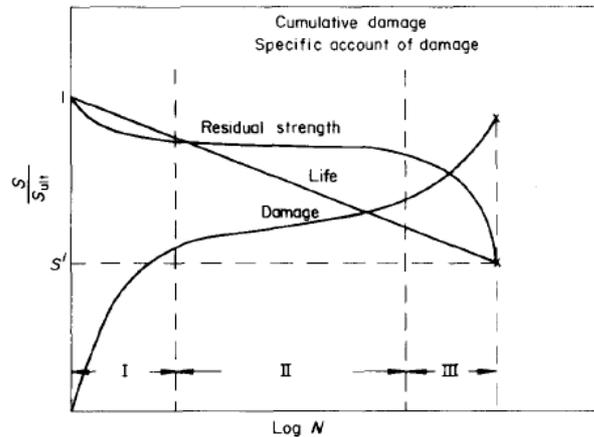


Figure 129 : Diagramme d'évolution S-N de la résistance résiduelle, de la variation des endommagements et de la vie de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles pour un stratifié graphite/époxy [1]

Le principe d'un essai de fatigue est d'appliquer un chargement cyclique sur une éprouvette ou structure, à une certaine fréquence, tout en mesurant la rigidité en temps réel. L'essai s'arrête une fois qu'un des critères d'arrêt est rempli : rupture de l'éprouvette, nombre de cycles atteint ou diminution d'un certain pourcentage de la raideur.

Dans le cadre du projet, l'étude en fatigue se fera sur un cas de chargement en flexion 3 points. Le comportement des composites stratifiés en fatigue dans le cadre d'un chargement en flexion 3 points est connu et détaillé dans les travaux de Wang [2] dans le chapitre 1 paragraphe III.2. La rigidité de l'éprouvette stagne et se stabilise au début de l'essai, puis apparaît une diminution progressive de la rigidité avec une augmentation du nombre d'endommagements tels que des fissures ou du délaminage, et enfin une rupture brutale de l'éprouvette.

II. Dispositif d'essai de fatigue en flexion 3 points

Les essais en fatigue en flexion 3 points sont effectués sur une machine mécanique développée par M. Guillaumat et M. Bin Hamed. Le principe est de transformer le mouvement rotatif d'un moteur en translation à l'aide d'un double excentrique. La figure 130 montre le dispositif d'essai avec à droite le motoréducteur, qui permet de régler la fréquence, branché au moteur qui crée le mouvement rotatif et qui est transmis par un système d'accouplement au double excentrique. Celui-ci va transformer le mouvement rotatif en translation afin d'appliquer la flèche avec l'appui centrale en bout de tige. Il est donc possible d'appliquer un chargement sinusoïdal en flexion 3 point sur une éprouvette. Un capteur de force est placé juste avant l'appui central et un capteur de déplacement LVDT est placé derrière l'éprouvette.

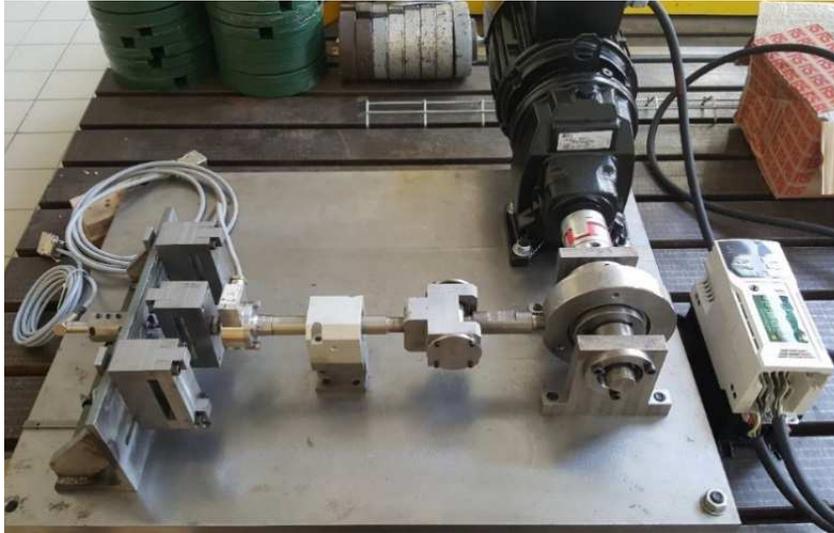


Figure 130 : Dispositif d'essai en fatigue en flexion 3 points

Ce dispositif permet de régler plusieurs paramètres d'un essai de flexion 3 points, à savoir la distance entre les appuis et la flèche. Il est donc contrôlé en déplacement imposé. La flèche est réglable en modifiant l'angle entre les deux pièces excentrées. Avec ce double excentrique et ce système, il est possible d'appliquer une flèche de ± 10 mm.

La conception de la machine fait que les essais sont aussi limités au niveau du rapport de charge R qui définit l'essai de fatigue, car le support de l'éprouvette bloque le chargement dans un sens. Ce rapport de charge établit le rapport entre la contrainte minimum et la contrainte maximum. Généralement une étude complète en fatigue caractérise le matériau pour plusieurs rapports de charge.

Du fait que l'essai soit contrôlé en déplacement et qu'un essai en fatigue est défini par une amplitude de contrainte il faut déterminer au préalable la force minimale et maximale appliquées durant l'essai, et de les régler manuellement en réglant l'angle du double excentrique et la position des appuis extérieurs avant de lancer l'essai.

Les dimensions de l'éprouvette et les valeurs des paramètres caractéristiques du dispositif sont présentées sur la figure 131 et le tableau 87.

Les mesures des capteurs de force et de déplacement LVDT sont acquises en temps réel par un système d'HBM constitué d'un module Quantum et du logiciel Catman. Un script développé dans ce logiciel est utilisé pour calculer au cours de l'essai des valeurs caractéristiques telles que la force minimale et maximale, la force moyenne, l'amplitude de force, le déplacement moyen ou l'amplitude de déplacement. Ce script permet aussi d'automatiser l'essai en prenant en compte deux critères d'arrêt : un nombre de cycles maximum atteint et/ou une perte de rigidité basée sur la variation de l'amplitude de force.

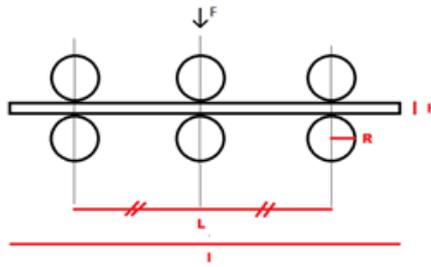


Figure 131 : Schéma du montage de flexion 3 points

Dimensions	Valeurs en mm
l longueur de l'éprouvette	100
B largeur de l'éprouvette	15
h épaisseur de l'éprouvette	2 (sain) et 2,8 (porosité)
L distances entre les appuis	80
R rayon des appuis	5

Tableau 87 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points

La figure 132 montre l'interface de visualisation des données mesurées en temps réel durant l'essai, avec en bas les graphiques de la force et du déplacement en fonction du temps, au milieu les graphiques des valeurs des amplitudes et moyennes de déplacement et de force en fonction du nombre de cycles, et en haut un tableau résumant toutes ces valeurs tous les cycles entre 0 10 cycles, tous les 10 cycles entre 72 et 100, tous les 100 cycles entre 100 et 1000, tous les 1000 entre 1000 et 10 000, tous les 10 000 entre 10 000 et 100 000 cycles et tous les 100 000 cycles entre 100000 et 1000 000 de cycles. Ces valeurs caractéristiques mesurées sont affichées en temps réel sur des cases à droite de la page de visualisation.

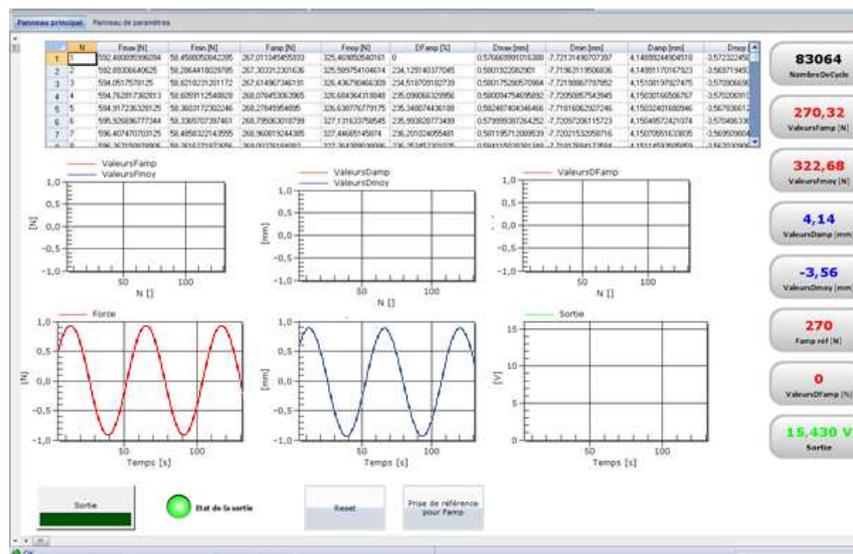


Figure 132 : Interface de visualisation des données mesurées lors de l'essai de fatigue en flexion 3 point

III. Essais de fatigue en flexion 3 points

Dans le cas de cette étude, l'essai de fatigue en flexion 3 points est arrêté par deux critères possibles, à savoir : une perte de rigidité de l'éprouvette de 5% basée sur la variation de l'amplitude de force et un nombre de cycles maximum de 1.000.000. Une perte de rigidité de 5% est communément utilisée dans les études en fatigue car au-delà de cette valeur, les endommagements sont tellement importants que l'éprouvette est proche d'une rupture brutale. Une perte de rigidité de 5% arrive communément dans la troisième et dernière phase de l'évolution de l'endommagement en fatigue avec une baisse rapide de la rigidité. De plus, l'étude étant limitée dans le temps, un nombre maximum de cycles est défini afin que les essais ne durent pas trop longtemps et la fréquence d'essai est fixée à 4,5 Hz (maximum de la machine dans sa configuration actuelle) ce qui fait 1.000.000 cycles en 61 heures. Avec des fréquences supérieures à 4,5 Hz, les vibrations observées sur le dispositif sont trop importantes. Des essais avec un thermocouple ont permis de confirmer qu'il n'y a pas d'auto-échauffement de l'éprouvette à cette fréquence.

Les essais de fatigue sont contrôlés soit en force soit en déplacement. Dans le cas de cet essai de fatigue en flexion 3 points, le paramètre contrôlant l'essai est le déplacement, en faisant varier l'angle du double excentrique, il est possible de définir la flèche minimum, la flèche maximum et donc la flèche totale. Sachant que les dimensions des éprouvettes de fatigue sont assez variable, il est plus précis de comparer les résultats des essais à une contrainte fixée plutôt qu'à une flèche fixée. C'est pour cela que les contraintes appliquées, avec les flèches choisies, sont calculés avec la formule suivante :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2Bh^2} \quad (76)$$

L'épaisseur des éprouvettes saines étant fines et la flèche étant limitée à ± 10 mm, il n'est pas possible de réaliser des essais de fatigue à des contraintes supérieures à 800 MPa. Les essais se font à un rapport de charge $R \approx 0,1$.

III.1 Résultats pour les éprouvettes saines

III.1.1 Courbe de Wöhler

La courbe de Wöhler du matériau sain est présentée à la figure 133 avec les différents points désignant une éprouvette rompue et les points avec une flèche à 1.000.000 de cycles qui signifie que l'éprouvette n'a pas atteint sa rupture.

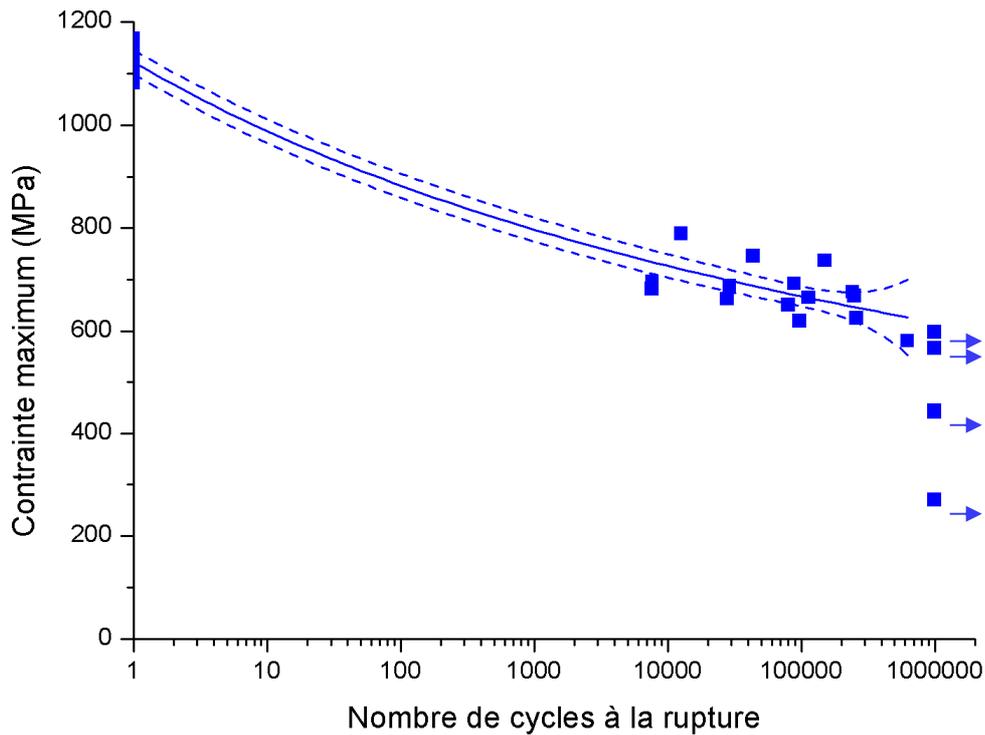


Figure 133 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain, avec en pointillé la courbe de confiance à 95%

La courbe de Wöhler correspond aux éprouvettes rompues en fonction de la contrainte maximum σ_{max} aux premiers cycles et du nombre de cycles à la rupture $N_{rupture}$. Les données de nombre de cycles à la rupture sont représentées avec une échelle logarithmique pour plus de lisibilité. Une loi de Farzadaghi-Harris est utilisée pour modéliser le comportement en fatigue du matériau en fatigue.

Ce modèle est une loi puissance qui est généralement utilisée pour modéliser le comportement en fatigue, et est définie telle que :

$$\sigma_{max} = (a + bN_{rupture}^c)^{-1} \quad (77)$$

Le modèle de Harris est illustré avec des bandes de confiance à 95%, ce qui signifie que tous les jeux de paramètres qui donnent un modèle compris entre ces deux bandes est à 95% proches de la meilleure solution. La valeur de chaque paramètre est énoncée dans le tableau 88.

Paramètres	Valeurs sain	Valeurs porosité 1,2%	Valeurs porosité 3,0%
a	-0,08184	-0,15503	8,4E-4
b	0,08273	0,15604	1,9E-4
c	6,3E-4	2,6E-4	0,101

Tableau 88 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain

La courbe de Wöhler du matériau sain présente une variabilité assez importante, qui caractérise les essais de fatigue, avec un nuage de point entre 10.000 cycles et 1.000.000 cycles. Plusieurs essais n'ont pas abouti à la rupture de l'éprouvette dont un essai vers 600 MPa. Pour une même contrainte maximale, les éprouvettes peuvent rompre à des nombres de cycles très différents. La courbe de Wöhler du matériau sain présente plusieurs éléments caractéristiques des courbes en fatigue pour les matériaux composites, à savoir la tendance de la courbe de comportement qui est quasiment une droite et le changement de variabilité entre les essais quasi-statiques et les essais à grand nombre de cycles. En effet, pour les essais statiques à 1 cycle, la variabilité est fonction de la contrainte alors que pour les essais à grands nombres de cycles, la variabilité est fonction du nombre de cycles. Pour une contrainte de plus ou moins 700 MPa, des éprouvettes ont rompu vers 10.000 cycles alors que d'autres ont rompu vers 100.000 cycles.

III.1.2 Faciès de rupture

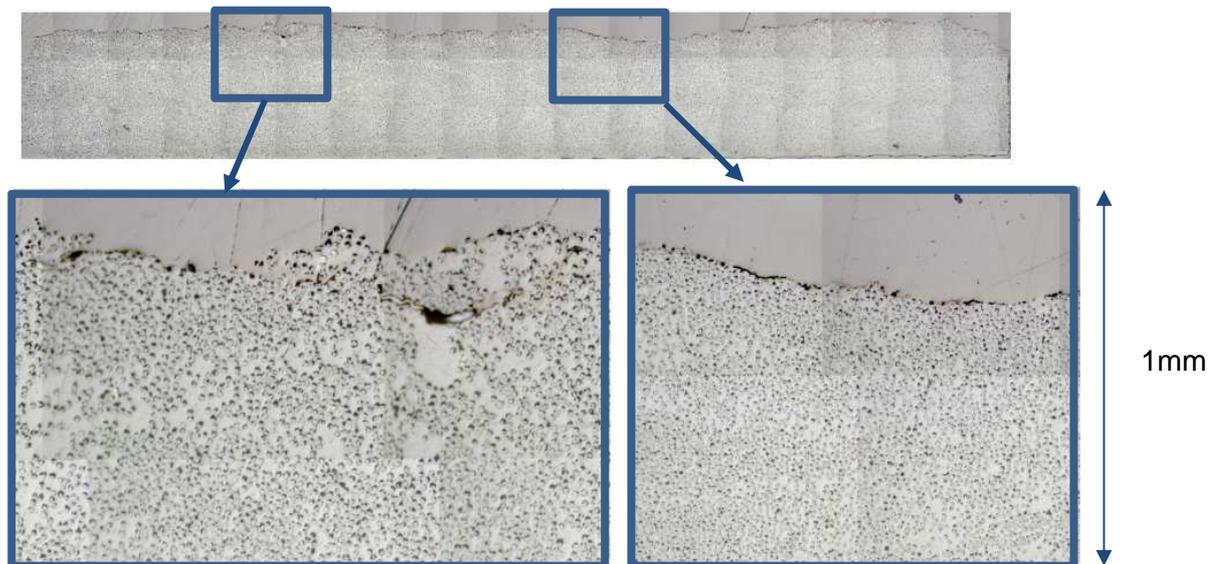


Figure 134 : Faciès de rupture d'une éprouvette saine en fatigue flexion 3 points avec présence de délaminage

Quelques éprouvettes rompues en fatigue ont été observées en microscopie optique proche du faciès de rupture. La figure 134 présente l'un de ces faciès avec des parties zoomées, qui montrent un des endommagements caractéristiques des chargements en flexion 3 points, et notamment en fatigue, à savoir du délaminage.

III.2 Résultats pour les éprouvettes avec porosité niveau « - »

III.2.1 Courbe de Wöhler

La courbe de Wöhler du matériau possédant la faible valeur de porosité de 1,2%, visible sur la figure 135, a la même tendance que la courbe du matériau sain, à savoir une droite qui relie les points quasi-statiques et les points à un grand nombre de cycles.

Les essais avec 1,2% de porosité présentent moins de variabilité avec des résultats moins espacés. Pour chaque paramètres de la loi de Harris de ce matériau, la valeur qui est visible dans le tableau 89, est très légèrement supérieure à celle pour le matériau sain, particulièrement pour les coefficients a et b qui définisse la pente de la courbe. Plus les coefficients sont proches de 0, moins la courbe sera pentue. Ceci semble indiquer qu'un taux de porosité de 1,2% de porosité n'a pas une grande influence sur le comportement en fatigue en flexion 3 point du composite stratifié étudié.

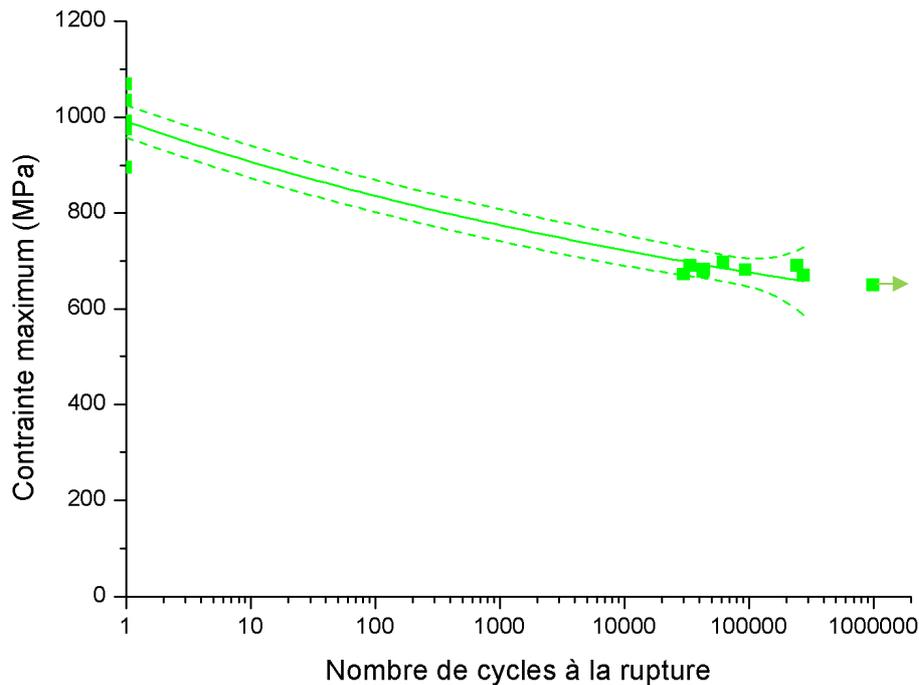


Figure 135 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau porosité -, à 1,2% de porosité, avec en pointillé, la courbe de confiance à 95%

Paramètres	Valeurs	Valeurs
a	-0,15503	8,4E-4
b	0,15604	1,9E-4
c	2,6E-4	0,101

Tableau 89 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau porosité - à 1,2% de porosité

III.2.2 Faciès de rupture

Les coupes micrographiques d'éprouvettes, avec 1,2% de porosité, rompues pendant les essais montrent, comme précédemment, des endommagements typiques des essais de fatigue sur composite, à savoir du délaminage et de la fissuration. Un exemple est présenté sur la figure 136 avec un zoom sur un endommagement par délaminage et un sur un endommagement par fissuration. Aucune des fissures observées ne suit un parcours préférentiel de pores en pores, ce qui semble montrer que les pores n'ont pas d'influence notable sur l'endommagement en fatigue en flexion 3 points.

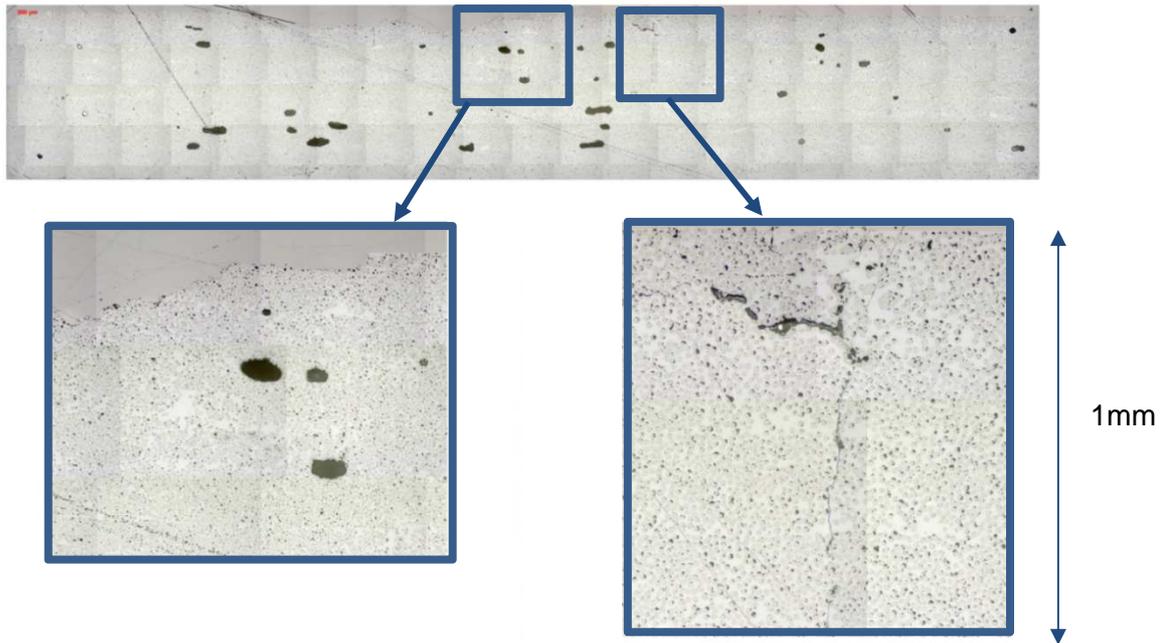


Figure 136 : Faciès de rupture d'une éprouvette porosité -, à 1,2% de porosité, en fatigue flexion 3 points avec présence de délaminage à gauche et de fissuration à droite

Les résultats des essais et l'étude des faciès de rupture peuvent amener à conclure qu'un taux de porosité de 1,2% n'a pas d'influence significative sur le comportement en fatigue en flexion 3 points d'un composite stratifié. Cette hypothèse est confrontée à la comparaison des résultats entre le matériau sain et les matériaux avec porosité au paragraphe IV.1.

III.3 Résultats pour les éprouvettes avec porosité niveau « + »

III.3.1 Courbe de Wöhler

La courbe de Wöhler du matériau avec un niveau de porosité important de 3,0%, est visible sur la figure 137 ainsi que le modèle de Harris qui caractérise le comportement en fatigue. Celui-ci semble être le même que pour le matériau sain et avec celui à 1,2% de porosité, avec une grande variabilité caractéristique des essais de fatigue. La valeur de chaque paramètre du modèle de Harris est énumérée dans le tableau 90. Les valeurs ne sont pas du même ordre de grandeur comparé à celles du matériau sain et du matériau porosité -, particulièrement pour le paramètre c qui définit la forme de la courbe. Cette différence s'explique par la présence du point résultat d'une éprouvette ayant rompu à 1000 cycles ce qui change la forme de la courbe et donc l'interprétation des valeurs du modèle.

Paramètres	Valeurs
a	8,4E-4
b	1,9E-4
c	0,101

Tableau 90 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau porosité +, à 3,0% de porosité

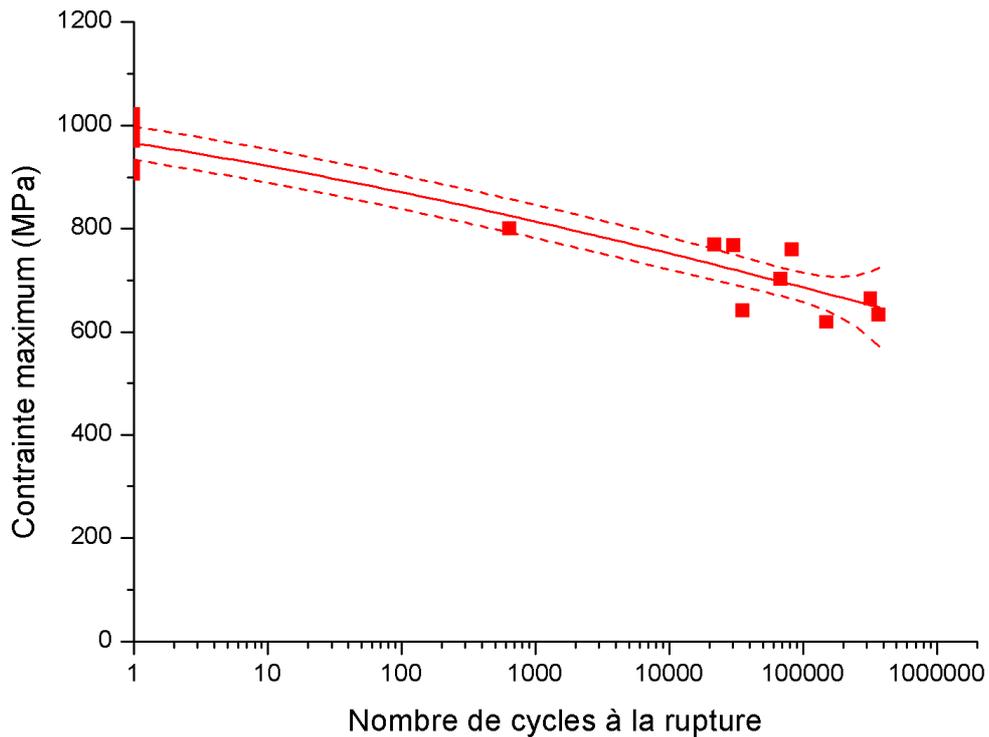


Figure 137 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau porosité +, à 3,0% de porosité, avec en pointillé, le courbe de confiance à 95%

III.3.2 Faciès de rupture

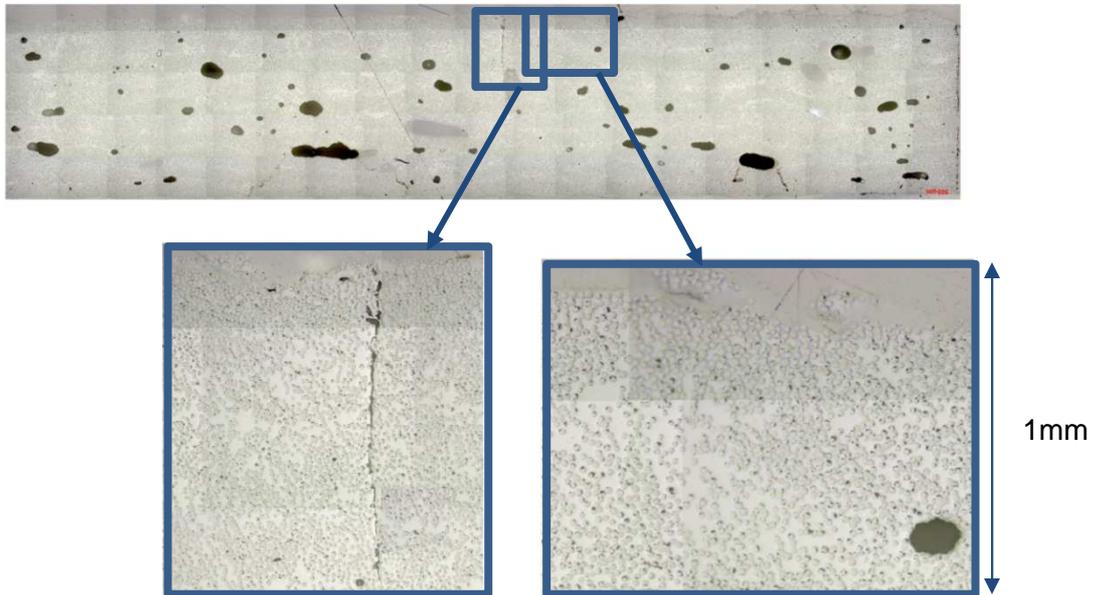


Figure 138 : Faciès de rupture d'une éprouvette porosité +, à 3,0% de porosité, en fatigue flexion 3 points avec de la fissuration à gauche et du délaminage à droite

La figure 138 illustre un exemple de coupe micrographique d'une éprouvette avec 3,0% de porosité rompue en fatigue en flexion 3 points. La coupe présente des endommagements tels que des délaminages et de la fissuration, qui sont aussi présents dans les coupes micrographiques du matériau avec 1,2% de porosité et du matériau sain.

Statistiquement, la fissuration ne suit pas de chemins préférentiels le long des pores et les délaminages ne semblent pas partir d'un macro-pore. Ceci semble confirmer le fait que les pores n'ont toujours pas d'influence sur le comportement en fatigue en flexion 3 points d'un composite stratifié.

III.4 Résultats pour les éprouvettes avec le plissement P1

Les essais de fatigue sur le matériau avec plissement sont divisés en 2 types : les essais avec les 2 plis sous le plissement qui sont du côté traction de la flexion 3 points, et ceux du côté compression.

En effet, le comportement du matériau en fatigue va dépendre du sens de chargement par rapport au défaut de plissement. Le plissement fragilise le matériau particulièrement car il divise le stratifié en 2 parties, à savoir pour cette étude, une partie avec 8 plis et une partie avec 2 plis.

III.4.1 Courbe de Wöhler

La figure 139 représente la courbe de Wöhler du matériau avec le plissement P1, avec en rose les essais avec les 2 plis sous le plissement du côté traction de la flexion, et en violet du côté compression de la flexion. Les deux configurations n'ont pas le même comportement en fatigue flexion 3 points. En effet l'amas de points pour la traction est légèrement sous l'amas de points pour la compression.

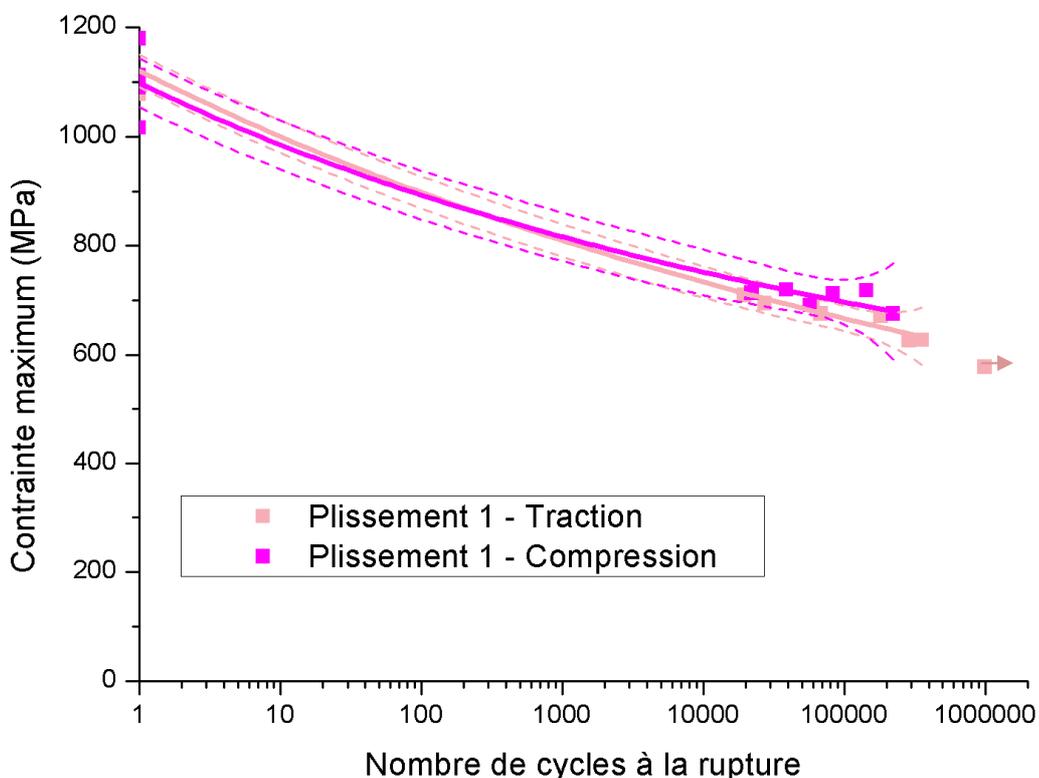


Figure 139 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau avec le plissement P1, avec en pointillé, la courbe de confiance à 95%

Cette différence entre les 2 types de configuration est conforme au fait que la traction est dominante dans l'essai car le rapport de charge appliqué est de 0,1 et donc la configuration avec les 2 plis en traction est moins résistante que la configuration avec 8 plis en traction (soit 2 plis en compression). Les comportements restent cependant très proches.

Les résultats des essais de fatigue sur le matériau avec plissement présentent la même variabilité que ceux du matériau sain et du matériau avec porosité. La valeur des paramètres de la loi de Harris, pour chaque configuration, est énumérée dans le tableau 91. Les deux configurations ont des valeurs de paramètres différentes mais du même ordre de grandeur et équivalentes à celles du matériau sain.

Paramètres	Valeurs Traction	Valeurs Compression
a	-0,00088	-0,08469
b	0,00178	0,08560
c	0,02550	0,00053

Tableau 91 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau plissement 1

III.4.2 Faciès de rupture

Une coupe micrographique transversale d'un échantillon, avec le plissement P1, rompu en fatigue flexion 3 points est visible sur la figure 140. Cette coupe montre des endommagements en délaminage, comme présentés sur le zoom, avec l'ensemble d'un pli qui s'est désolidarisé du reste de l'empilement. Aucune fissure n'est observée sur les zones analysées, mais cela ne signifie pas qu'il n'y en a pas quelques-unes ailleurs.

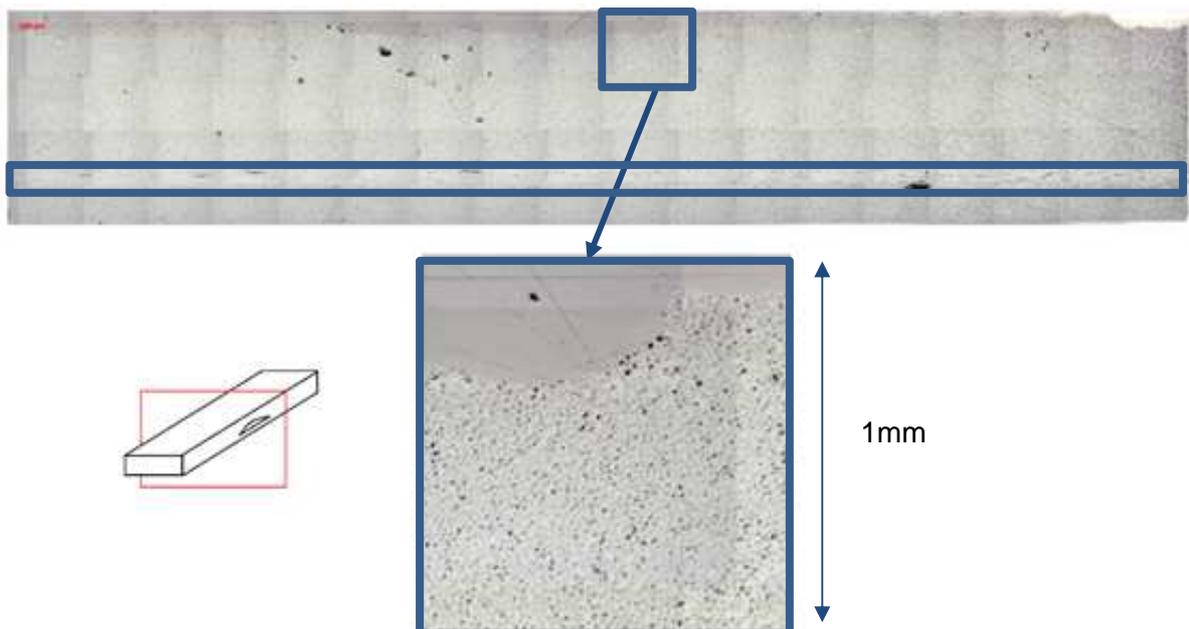


Figure 140 : Faciès de rupture d'une éprouvette avec le plissement P1 en fatigue flexion 3 points avec du délaminage et le plissement encadré en bleu

III.5 Résultats pour les éprouvettes avec le plissement P2

III.5.1 Courbe de Wöhler

La courbe de Wöhler du matériau avec le plissement P2, pour la configuration traction et compression, est visible sur la figure 141 avec les modèles de Harris pour chaque configuration.

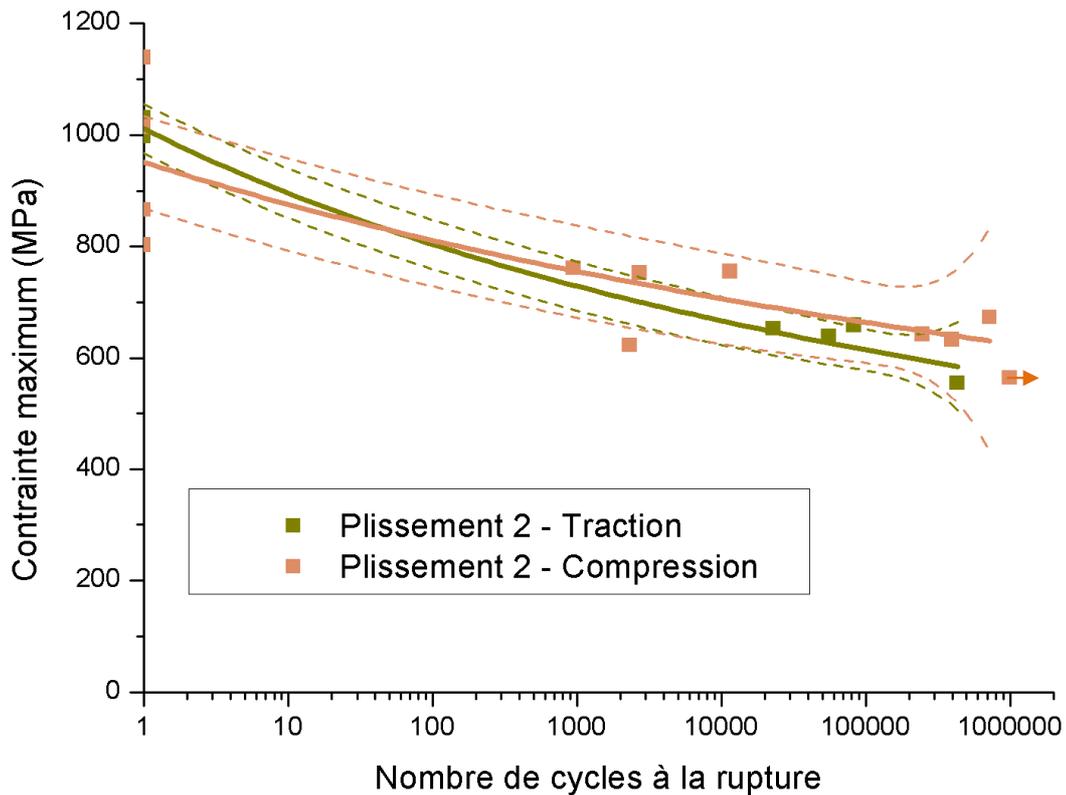


Figure 141 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau avec le plissement P2, avec en pointillé, le courbe de confiance à 95%

La courbe présente bien une variabilité caractéristique des essais de fatigue avec des points résultats plus ou moins éparpillés. Comme précédemment, les points résultats de la configuration en traction semblent être légèrement sous ceux de la configuration entre compression.

Paramètres	Valeurs Traction	Valeurs Compression
a	-0,57932	-0,46783
b	0,58031	0,46888
c	9,5E-4	8,4E-4

Tableau 92 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau plissement 2

Les valeurs des coefficients des deux configurations sont énumérées dans le tableau 92. Elles confirment le fait que le comportement en fatigue du matériau avec plissement est plus faible en configuration traction qu'en configuration compression.

En effet, les valeurs a et b sont supérieures ce qui indique que la pente du modèle est plus importante et donc que le comportement en fatigue est plus faible.

La comparaison des valeurs du modèle de Harris du matériau sain et du matériau avec le plissement P1 semble indiquer une influence du plissement 2 sur le comportement du matériau en fatigue.

III.5.2 Faciès de rupture

La figure 142 présente un exemple de coupe transversale micrographique d'un échantillon avec le plissement 2 ayant rompu en fatigue en flexion 3 point.

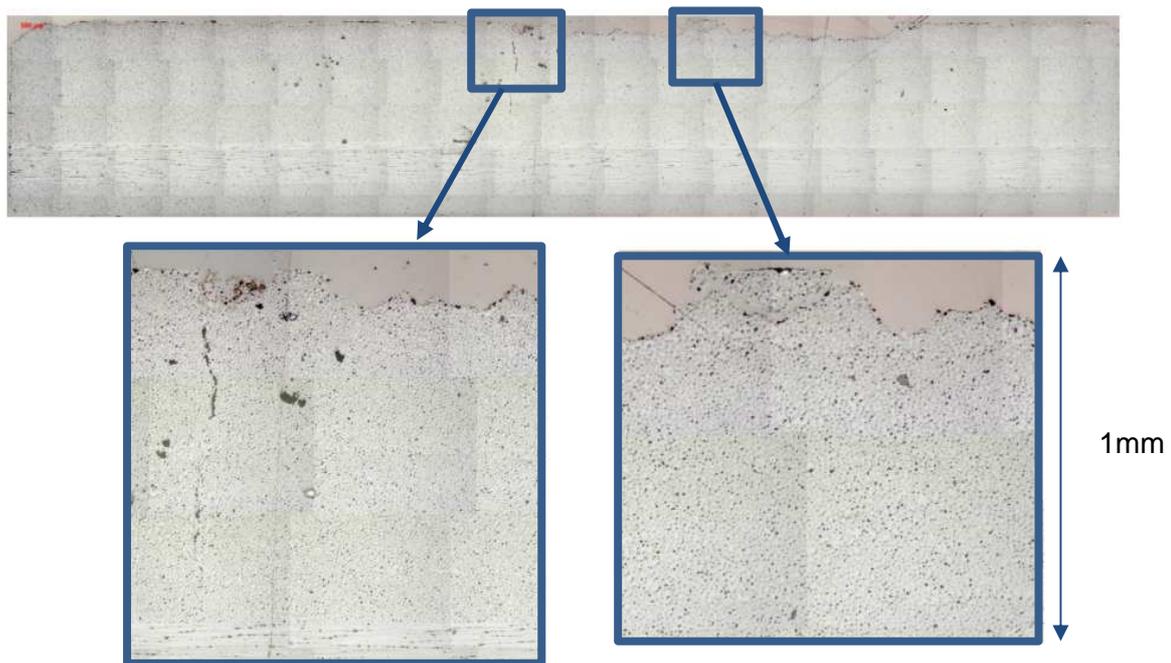


Figure 142 : Faciès de rupture d'une éprouvette avec le plissement P2 en fatigue flexion 3 points avec de la fissuration à gauche et du délaminage à droite

Le faciès de rupture de l'échantillon montre deux types d'endommagement typiques des essais de fatigue : du délaminage et de la fissuration. Ce sont les mêmes endommagements que ceux du matériau sain, avec porosité et avec le plissement P1.

IV. Analyse de l'influence des défauts sur le comportement en fatigue

Les résultats des essais de fatigue pour le matériau sain vont être comparés avec ceux des matériaux avec plissement et avec porosité, afin d'identifier une possible influence du défaut sur le comportement en fatigue.

IV.1 Influence du défaut de porosité

Les courbes de Wöhler du matériau sain, du matériau porosité « - » à 1,2% de porosité et le matériau porosité « + » avec 3,0% de porosité, ainsi que les modèles de Harris de chacun des matériaux, sont présentés sur la figure 143. L'influence du défaut de porosité sur le comportement mécanique en quasi-statique, en flexion 3 points, est visible sur les points résultats à 1 cycle, où les points des matériaux avec porosité sont inférieurs à ceux du matériau sain. L'hypothèse d'une influence du défaut de porosité sur le comportement en fatigue en flexion 3 points n'est pas validée à la vue des points résultats des courbes de Wöhler. L'ensemble des points résultats du matériau sain, porosité « - » et porosité « + », forment un amas de points difficile à discriminer.

Un zoom sur l'amas de points résultats avec les courbes du modèle de Harris est visible sur la figure 144. Ceci permet de confirmer le fait que les points résultats du matériau sain, du matériau porosité « - » et porosité « + », sont regroupés en un amas indissociable.

De plus les courbes du modèle de Harris de chaque matériau sont très proches, avec des valeurs des paramètres a et b plus ou moins proches entre elles, comme l'indique le tableau 93.

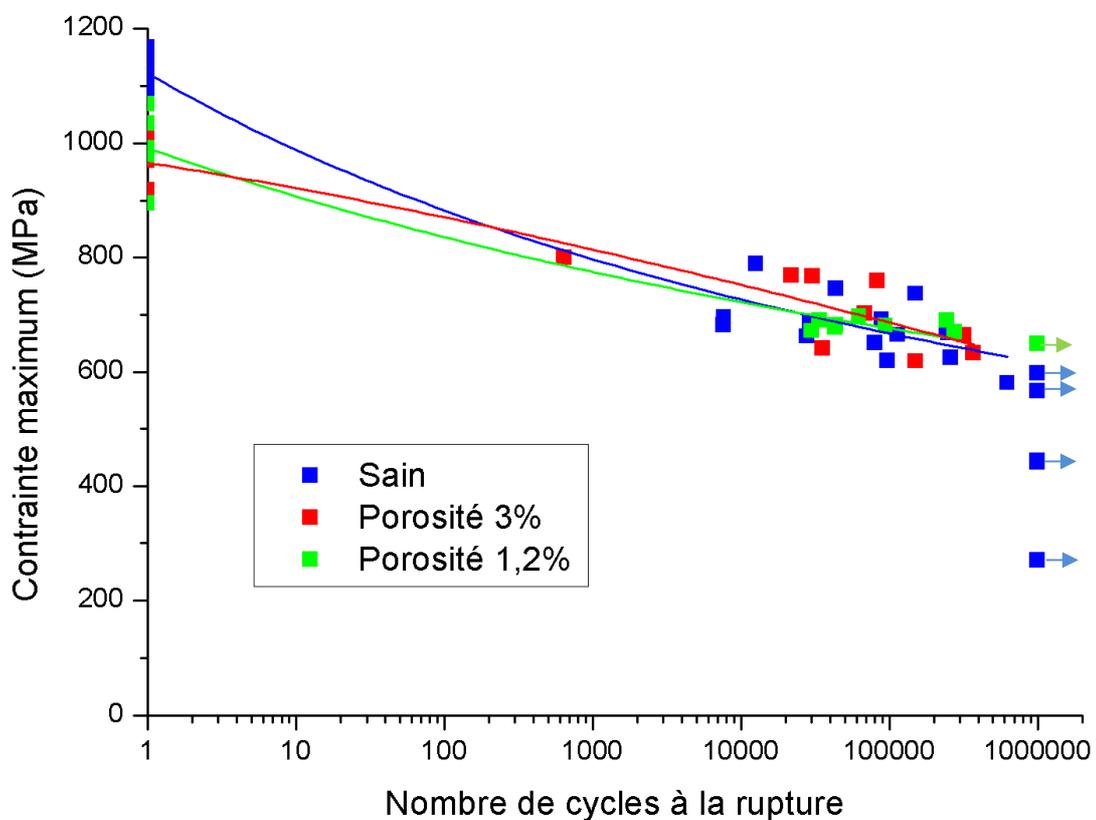


Figure 143 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain et avec porosité

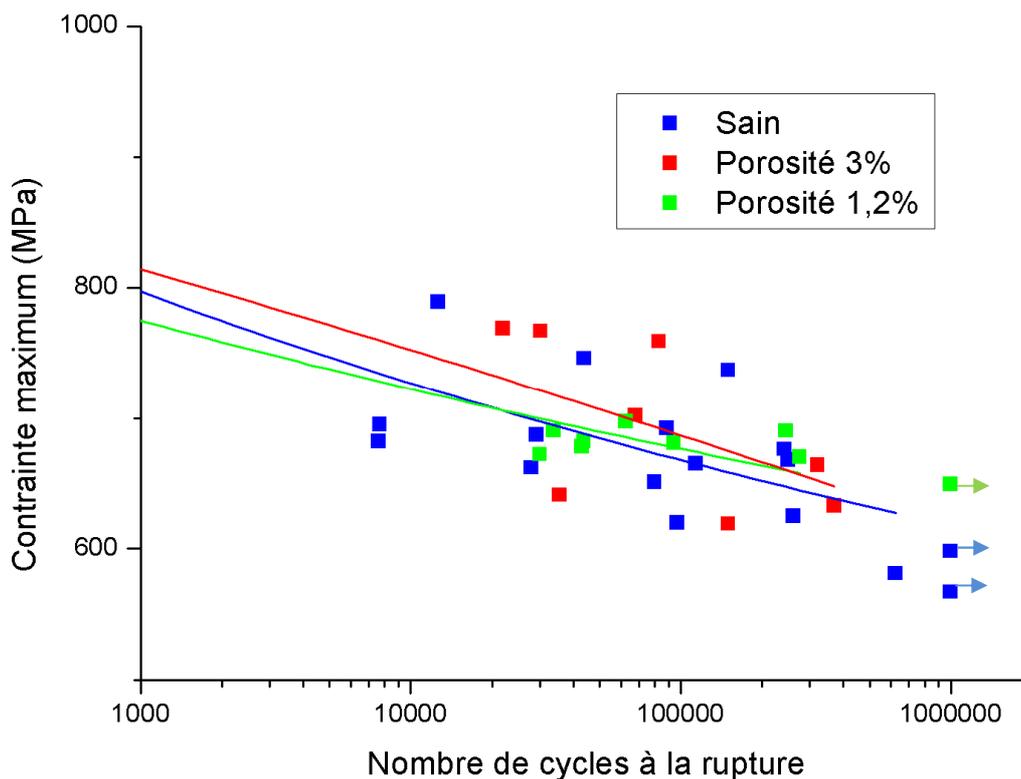


Figure 144 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points, entre 1000 et 1000000 de cycles, pour le matériau sain et avec porosité

Paramètres	Valeurs sain	Valeurs porosité « - »	Valeurs porosité « + »
a	-0,08184	-0,15503	8,4E-4
b	0,08273	0,15604	1,9E-4
c	6,3E-4	2,6E-4	0,101

Tableau 93 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain, porosité – et porosité +

La comparaison des faciès de rupture des éprouvettes rompus en fatigue en flexion 3 points, pour le matériau sain, avec 1,2% de porosité et 3,0% de porosité montre que les 3 matériaux ont les mêmes endommagements, à savoir du délaminage et de la fissuration. Ces deux endommagements, typiques des essais de flexion 3 points, ne suivent pas de chemin préférentiel en suivant par exemple des macros pores.

L'hypothèse de l'influence du taux de porosité sur le comportement en fatigue en flexion 3 points est donc invalidée par l'analyse des essais de fatigue dont il ressort 3 arguments :

1. Les points résultats du matériau sain, avec 1,2% et 3,0% de porosité sont regroupés en un amas indissociable ;
2. Le modèle de Harris du matériau sain, avec 1,2% et 3,0% de porosité sont très proches avec des valeurs de paramètres a et b proches de 0 qui confirment le point précédent ;

3. Les endommagements engendrés par l'essai de fatigue sont identiques pour le matériau sain, avec 1,2% et 3,0% de porosité. De plus les endommagements ne suivent pas de chemins préférentiels sous l'influence des macro-pores.

IV.2 Influence du défaut de plissement

La figure 145 présente les courbes de Wöhler du matériau sain, avec le plissement P1 et avec le plissement P2. Elles sont complétées par la courbe du modèle de Harris de chaque matériau. Comme pour le défaut de porosité, l'influence du défaut de plissement sur le comportement quasi-statique en flexion 3 points est visible sur les points résultats à 1 cycle avec des valeurs plus faible pour le plissement P2. L'influence du plissement P1 en quasi-statique est moins importante que celle du plissement P2. Le comportement en fatigue du composite stratifié en flexion 3 points semble être influencé seulement par la présence d'un plissement du type P2 en configuration de traction. L'amas de points résultats du matériau avec le plissement P2, en configuration traction, est légèrement en dessous des autres points résultats.

Le zoom sur l'amas de points résultats, visible sur la figure 146, montre bien que les points résultats du matériau plissement P2, en configuration de traction, se situent en dessous de l'amas des autres points. De plus, les points du matériau plissement P2, en configuration compression, sont assez dispersés et certains se trouvent en dessous de l'amas de points. Cela semble indiquer que le comportement en fatigue en flexion 3 points est fragilisé par la présence d'un plissement de type 2, c'est-à-dire avec des dimensions élevées ce qui peut sembler assez logique. Cette hypothèse est renforcée par la tendance des courbes du modèle de Harris pour chaque matériau. Ainsi, celle pour le matériau avec plissement P2 se situe bien en dessous des autres.

Les valeurs des paramètres du modèle de Harris, pour chaque matériau, confirment l'hypothèse d'une influence du plissement P2 sur le comportement en fatigue en flexion 3 points. Le tableau 94 énumère ces paramètres et les valeurs des coefficients a et b pour le plissement 2 sont supérieures à celles du matériau sain, pour les deux configurations, en étant assez éloigné de 0 ce qui indique que la pente de la courbe est forte et que le défaut engendre donc un dégradation accélérée du matériau.

Ceci renforce l'hypothèse de l'influence du plissement 2 sur le comportement en fatigue du composite stratifié. Les valeurs des paramètres pour le plissement 1 sont proches de celles du matériau sain en étant proche de 0.

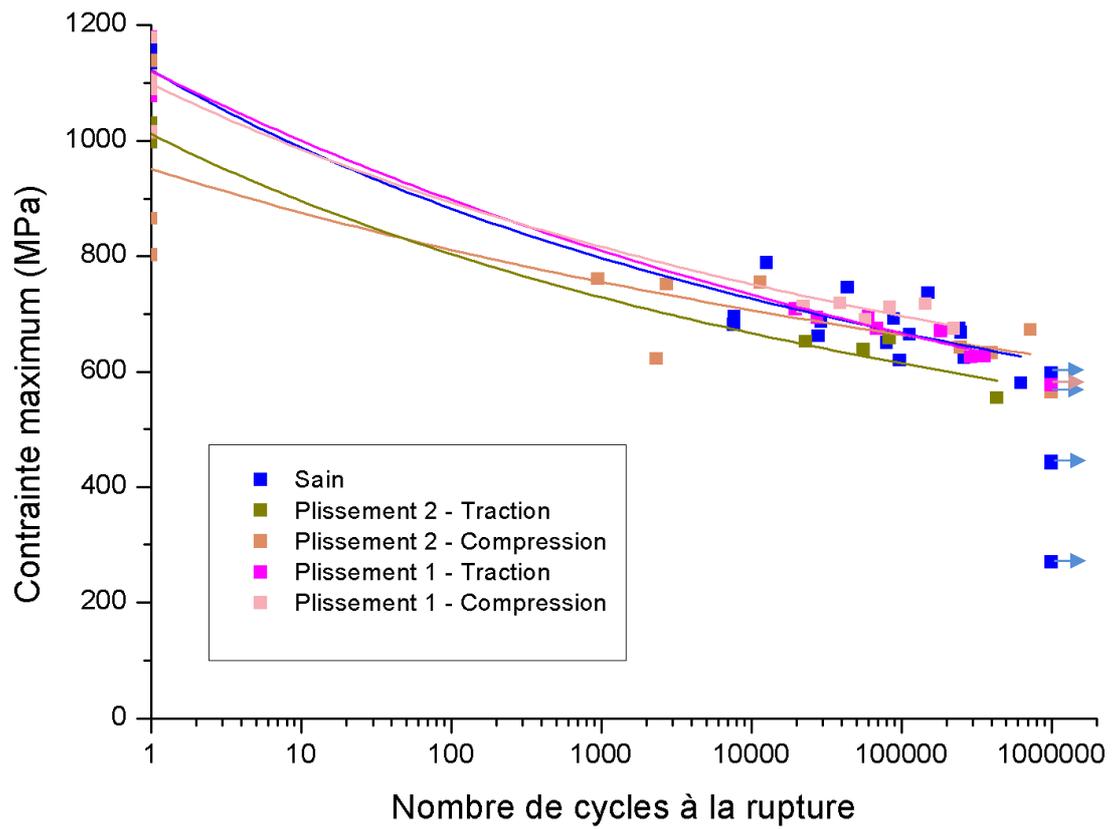


Figure 145 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain et avec plissement

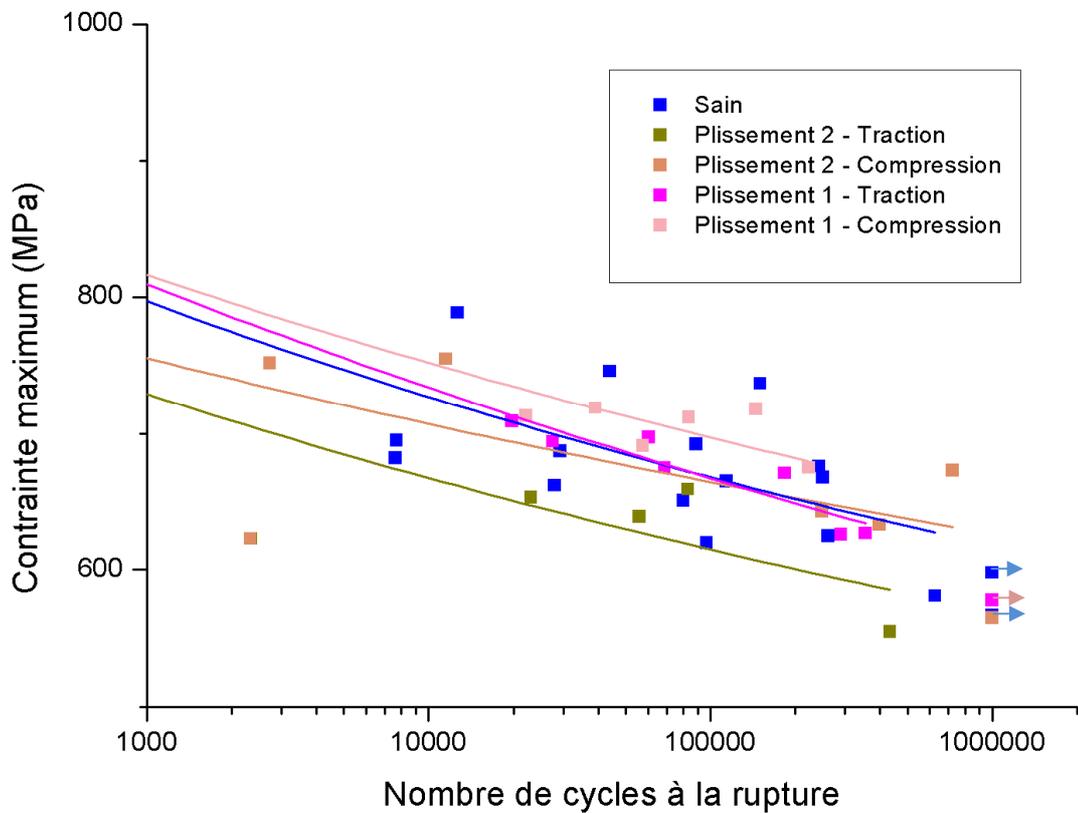


Figure 146 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points, entre 1000 et 1000000 de cycles, pour le matériau sain et avec plissement

Paramètres	Valeurs sain	Valeurs P1 Traction	Valeurs P1 Compression	Valeurs P2 Traction	Valeurs P2 Compression
a	-0,08184	-8,8E-4	-0,08469	-0,57932	-0,46783
b	0,08273	0,00178	0,08560	0,58031	0,46888
c	6,3E-4	0,02550	5,3E-4	9,5E-4	8,4E-4

Tableau 94 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain, plissement 1 et plissement 2

Les faciès de rupture des éprouvettes, rompues en fatigue flexion 3 points, des 3 matériaux présentes les mêmes endommagements caractéristiques des essais de flexion, à savoir du délaminage et de la fissuration. Tout comme pour le défaut de porosité, les endommagements ne suivent pas de chemin préférentiel en fonction du plissement.

Donc au vu de l'analyse de résultats des essais de fatigue du matériau avec plissement et sain, l'hypothèse de l'influence du défaut de plissement sur le comportement en fatigue en flexion 3 point est validée pour des plissements de grandes dimensions.

Conclusion

Une campagne d'essais de fatigue en flexion 3 points est mise en place afin de caractériser l'influence des défauts de porosité et de plissement sur le comportement en fatigue d'un composite stratifié. Pour cela, une machine de fatigue avec un suivi de la raideur de l'éprouvette est conçue au sein du laboratoire. Des essais de fatigue avec un rapport de charge de 0,1 sont effectués sur le matériau sain, le matériau porosité « - » à 1,2% de porosité, le matériau porosité « + » à 3,0% de porosité, le matériau avec le petit plissement P1 et le matériau avec le grand plissement P2. Les résultats des essais de fatigue sont analysés à l'aide d'une courbe de Wöhler et le comportement est modélisé avec la loi de Harris. De plus une analyse du faciès de rupture permet d'observer les endommagements dus à l'essai de flexion et possiblement influencés par un défaut. Les courbes de Wöhler des matériaux étudiés présentent des tendances typiques des matériaux composites stratifiés, plutôt en droite, avec un changement de type de variabilité entre les essais quasi-statiques et les essais à grand nombre de cycles.

La comparaison des résultats des essais sur le matériau sain, le matériau porosité « - » et porosité « + », démontre que le défaut de porosité n'a pas d'influence sur le comportement en fatigue en flexion 3 points. En effet, les points résultats des différents matériaux sont confondus dans un amas de points, les valeurs des paramètres du modèle de Harris sont très proches pour les 3 matériaux, et les faciès de rupture des 3 matériaux présentent les mêmes modes d'endommagement à savoir du délaminage et de la fissuration.

Le fait que, le défaut de porosité n'ait pas d'influence, s'applique à la porosité observée dans cette étude, à savoir des macro-pores de diamètre plus ou moins variable, jusqu'à un taux de porosité de 3,0%. Pour des taux de porosité supérieurs, il est possible que les défauts influent sur le comportement en fatigue.

Dans le cas du défaut de plissement, seul le plissement avec une grande dimension influe sur le comportement en fatigue flexion 3 points du composite stratifié. Les points résultats du matériau avec le plissement P2 sont positionnés dans la partie basse de l'amas de points du matériau sain et du matériau plissement P1. Cela est confirmé par la valeur des paramètres du modèle de Harris du matériau plissement P2 qui est supérieure à celle des paramètres du matériau sain et avec plissement P1. L'accélération de l'endommagement en fatigue due au plissement P2 ne s'illustre pas par des types d'endommagement différents de ceux du matériau sain et avec le plissement P1, à savoir du délaminage et de la fissuration.

Bibliographie

- [1] K. L. Reifsnider et R. Jamison, «Fracture of fatigue-loaded composite laminates,» *International Journal of Fatigue*, vol. 4 (4), pp. 187-197, 1982.
- [2] S. J. Wang, «Etude de l'endommagement d'un composite unidirectionnel fibres de verr/époxyde,» 1990.
- [3] M. J. Hinton, A. S. Kaddour et P. D. Soden, «Failure Criteria in Fibre Reinforced Polymer Composites : The world-wide failure exercise,» *Composite Science and Technology*, 2004.

Table des figures

Figure 129 : Diagramme d'évolution S-N de la résistance résiduelle, de la variation des endommagements et de la vie de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles pour un stratifié graphite/époxy [1]	180
Figure 130 : Dispositif d'essai en fatigue en flexion 3 points	181
Figure 131 : Schéma du montage de flexion 3 points.....	182
Figure 132 : Interface de visualisation des données mesurées lors de l'essai de fatigue en flexion 3 point	182
Figure 133 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain, avec en pointillé la courbe de confiance à 95%	184
Figure 134 : Faciès de rupture d'une éprouvette saine en fatigue flexion 3 points avec présence de délaminage	185
Figure 135 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau porosité –, à 1,2% de porosité, avec en pointillé, la courbe de confiance à 95%.....	186
Figure 136 : Faciès de rupture d'une éprouvette porosité –, à 1,2% de porosité, en fatigue flexion 3 points avec présence de délaminage à gauche et de fissuration à droite	187
Figure 137 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau porosité +, à 3,0% de porosité, avec en pointillé, le courbe de confiance à 95%.....	188
Figure 138 : Faciès de rupture d'une éprouvette porosité +, à 3,0% de porosité, en fatigue flexion 3 points avec de la fissuration à gauche et du délaminage à droite	188
Figure 139 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau avec le plissement P1, avec en pointillé, la courbe de confiance à 95%	189

Figure 140 : Faciès de rupture d'une éprouvette avec le plissement P1 en fatigue flexion 3 points avec du délaminage et le plissement encadré en bleu	190
Figure 141 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau avec le plissement P2, avec en pointillé, le courbe de confiance à 95%	191
Figure 142 : Faciès de rupture d'une éprouvette avec le plissement P2 en fatigue flexion 3 points avec de la fissuration à gauche et du délaminage à droite	192
Figure 143 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain et avec porosité	193
Figure 144 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points, entre 1000 et 1000000 de cycles, pour le matériau sain et avec porosité	194
Figure 145 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points pour le matériau sain et avec plissement	196
Figure 146 : Courbe de Wöhler en flexion 3 points, entre 1000 et 1000000 de cycles, pour le matériau sain et avec plissement	196
Tableau 87 : Dimensions des éprouvettes de flexion 3 points	182
Tableau 88 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain	184
Tableau 89 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau porosité – à 1,2% de porosité	186
Tableau 90 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau porosité +, à 3,0% de porosité	187
Tableau 91 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau plissement 1 ..	190
Tableau 92 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau plissement 2 ..	191
Tableau 93 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain, porosité – et porosité +	194
Tableau 94 : Valeur des paramètres de la loi de Harris pour le matériau sain, plissement 1 et plissement 2	197

Conclusion Générale

Lors de la mise en œuvre de structures en matériaux composites, certains phénomènes physiques peuvent créer des défauts, aux caractéristiques variables, qui vont modifier les propriétés mécaniques de la structure à l'échelle locale et globale. La thèse, qui est présentée, étudie l'influence de deux défauts de mise en œuvre de composites stratifiés, à savoir : la porosité et le plissement. Ils affectent la structure même du composite en modifiant leurs propriétés physiques locales. Le défaut de porosité consiste en la création de pores dans la matrice du composite qui correspondent à des poches de gaz qui n'a pas pu s'évacuer pendant le procédé. Le défaut de plissement, quant à lui, consiste en une déformation locale des plis.

L'étude de ces deux défauts se divise en plusieurs sujets de recherche qui composent les différents chapitres de cette thèse. Le premier chapitre qui regroupe l'état de l'art sur les différents axes de recherche de l'étude, le deuxième chapitre qui présente l'étude de caractérisation des deux défauts étudiés, le troisième chapitre qui correspond à l'étude de la caractérisation mécanique du matériau sain et avec défauts en quasi-statique, et le dernier chapitre qui aborde la problématique de la fatigue.

La première étape de cette étude a consisté à fabriquer des plaques de composites stratifiés avec des taux de défauts contrôlés, tout en ayant une bonne répétabilité avec le procédé. Afin de répondre à ces deux critères, le procédé de mise en œuvre sous étuve avec du tissu pré-imprégnés est sélectionnée. Il permet de contrôler le taux de porosité en jouant avec la viscosité de la matrice en modifiant la température et le temps de cuisson du stratifiés. De plus, ce procédé permet de créer des plissements dans l'empilement tout en contrôlant les dimensions du défaut en insérant une bande transversale de tissu pré-imprégné dans l'empilement des plis. Les plaques de matériau sain sont mises en œuvre avec le même tissu pré-imprégné mais sous presse afin d'appliquer plus de pression sur la matrice qui peut donc chasser l'air emprisonné dans l'empilement et éviter l'apparition de porosité afin d'isoler les types de défauts. L'étude porte donc sur 4 matériaux différents, à savoir le matériau sain, le matériau avec porosité notée « - », le matériau avec porosité notée « + », le matériau avec le plissement 1 et le matériau avec le plissement 2.

L'étape suivante est de caractériser la structure des différents matériaux et notamment les défauts afin de pouvoir quantifier l'influence de ceux-ci et de pouvoir les modéliser de la façon la plus réaliste possible. L'étude des défauts se fait par analyse d'images en microscopie optique par l'étude de différentes coupes transversales des matériaux étudiés.

Le défaut de plissement étant provoqué artificiellement avec une bande transversale, les dimensions du défaut sont contrôlées et l'analyse de celui-ci est donc seulement menée de manière déterministe, car il y a très peu de variabilité dans le défaut, tout comme le contrôle des plaques saines. Les propriétés du défaut de plissement, à savoir sa hauteur, sa longueur et la hauteur des plis déformés en surface, sont aussi analysés afin d'être injectés dans le modèle numérique.

Contrairement au plissement, le contrôle de la porosité est très difficile et son étude est donc menée de manière probabiliste en analysant une grande quantité d'échantillon et donc de pores. Le défaut de porosité possède plusieurs paramètres caractéristiques comme le taux de pores, leurs diamètres, le rapport de leurs diamètres, leur longueur, leur quantité et la distance entre eux.

Du fait de la variabilité du défaut de porosité, l'étude de celui-ci se fait de manière probabiliste en prenant en compte les variations de chaque paramètre caractérisant les pores. La caractérisation probabiliste se fait en plusieurs étapes en commençant par le choix du type d'identification en fonction des données, entre variables discrètes ou continues, et entre une caractérisation en fonction de la fonction de répartition cumulée ou relative. Ensuite, les différentes lois de distribution comparées sont ajustées avec les données en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance. Les lois de distribution ajustées sont analysées afin de valider ou non les lois avec trois tests d'adéquation, le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test du Khi-Deux. Les résultats des tests des différentes lois sont comparés afin de choisir la ou les lois qui arrivent en tête des tests statistiques et qui sont les lois qui modélisent aux mieux les données. Les lois choisies sont analysées afin de savoir si leur domaine d'application correspond à celui des données. Enfin, la variabilité observée sur les données des paramètres de pores est comparée à la variabilité observée sur un tirage aléatoire de 5000 valeurs pour chaque loi de distribution sélectionnée en regardant trois quantités statistiques, la moyenne, le 3^{ème} quantile et la valeur à $p=0,99$.

Une fois que l'ensemble de ces paramètres sont analysés dans cette étude puis définis par des lois de distribution choisies selon le protocole spécifique, les lois sont injectés dans un modèle numérique, afin de reproduire numériquement au mieux la porosité observée. Un script Matlab est mis au point afin de modéliser la porosité et plusieurs modélisations sont comparées aux résultats expérimentaux avec une bonne corrélation.

Les deux défauts étudiés provoquent des changements de propriétés physiques à l'échelle locale ce qui, en hypothèse, peut diminuer les propriétés mécaniques à l'échelle locale et globale de la structure. La thèse répond à cette interrogation en menant une étude de caractérisation mécanique du matériau sain, avec de la porosité et avec un plissement.

Cette étude se fait en quasi-statique et en fatigue afin de pouvoir connaître le comportement du matériau, et l'influence du défaut, sous plusieurs types de chargements.

La caractérisation mécanique en quasi-statique a permis de déterminer les paramètres caractéristiques de la loi de comportement élastique linéaire orthotrope qui sera injectée dans la modélisation numérique du matériau sain et du matériau avec porosité. Le matériau avec plissement sera modélisé avec le matériau sain car le défaut sera modélisé réellement dans un modèle éléments finis. Au total, 6 essais quasi-statiques sont effectués lors de cette étude :

- Essai de traction à 0° ;
- Essai de traction à 90° ;
- Essai de traction à $\pm 45^\circ$;
- Essai de compression à 0° ;
- Essai de cisaillement – Flexion appuis rapprochés ;
- Essai de flexion 3 points.

Pour chaque type d'essais, l'étude détermine les paramètres du modèle élastique comme les modules de rigidité, le module de cisaillement, les coefficients de Poisson et les contraintes à rupture. L'influence du défaut de porosité ou de plissement est déterminée en comparant les valeurs des paramètres du matériau sain, avec de la porosité et avec un plissement, tout en s'assurant, par une analyse de la variance, que la variabilité du paramètres en fonction du défaut n'est pas induit par la variabilité de l'essai lui-même.

L'influence du défaut de porosité sur le comportement dépend du cas de chargement et de la direction du chargement. En effet, les pores ont de l'influence sur le comportement dans le cas des chargements où la matrice joue un rôle essentielle. C'est particulièrement le cas pour les chargements en cisaillement avec des baisses de modules entre 17 et 28% pour un taux de porosité de 1,2%, et entre 34 et 38% pour un taux de porosité de 3,0%. Les chargements en traction transversale, qui reposent aussi sur le comportement de la matrice, ont donc aussi une influence sur les propriétés avec une baisse du module de 3% pour la plaque porosité – et 10% pour la plaque porosité +. De même pour les chargements en flexion avec une baisse du module de 2% pour la plaque porosité – et 12% pour la plaque porosité +, et les chargements en compression avec une baisse jusqu'à 15% du module.

Le comportement en traction longitudinale n'est pas influencé par la porosité car le comportement repose surtout sur la tenue des fibres et non de la matrice. Le défaut de porosité influe sur le comportement à la rupture dans la plupart des directions de chargement sauf en cisaillement, avec des baisses allant jusqu'à 14% de la contrainte à la rupture en traction longitudinal, 28% en traction transversale, 16% en traction $\pm 45^\circ$, 15% en compression et 16% en flexion. L'influence du défaut de porosité sur chaque paramètre est

modélisée à l'aide d'une fonction linéaire ou polynomiale d'ordre 2. L'influence du défaut de plissement en quasi-statique est étudiée dans le cas d'un chargement en flexion et les résultats montrent que le plissement a bien une influence sur le comportement en flexion avec une baisse jusqu'à 24% pour le module et 17% pour la contrainte à la rupture.

La présence de défauts de porosité et de plissement dégrade donc les propriétés mécaniques en quasi-statique du composite stratifié avec des baisses significatives dès 1% de porosité ou un plissement de faibles dimensions.

Afin de compléter les résultats précédents une étude sur le comportement en fatigue a été réalisée par un essai de flexion 3 points car c'est un essai qui met en jeu plusieurs types de chargement en fonction de la face de l'éprouvette, avec une face en traction et en face en compression. Une machine de fatigue mécanique automatisée en flexion 3 points est conçue au laboratoire afin de pouvoir effectuer un grand nombre d'essais. Les essais de fatigue se font avec un rapport de charge de 0,1 sur les différents matériaux étudiés. Le cas du défaut de plissement a été étudié en 2 types d'essais avec un essai où les 2 plis inférieurs au plissement sont dans la zone de traction et un essai dans la zone de compression de la flexion. Les essais sont analysés avec des courbes de Wöhler et modélisés avec une loi puissance : la loi de Farazdaghi-Harris.

Que ce soit en comparant la répartition des points de mesures, ou le modèle de Harris, entre le matériau sain, le matériau porosité – et porosité +, l'hypothèse d'une influence des pores sur le comportement en fatigue est rejetée pour la porosité observée, un taux de porosité allant jusqu'à 3,0% et en flexion 3 points. Contrairement à la porosité, le plissement a une influence sur le comportement en fatigue en flexion 3 points en dégradant les propriétés mécaniques ce qui entraîne une rupture précoce de l'éprouvette. Le plissement avec de petites dimensions n'a pas d'influence mais celui avec de grandes dimensions fait chuter la tenue en fatigue et particulièrement dans la configuration où les 2 plis sous le plissement sont en traction. Le fait que les deux défauts ont moins d'influence en fatigue qu'en quasi-statique s'explique par le fait que l'essai de flexion 3 points sollicite majoritairement les fibres et non la matrice.

La thèse qui est présentée dans ce manuscrit apporte donc des réponses sur l'influence de défauts de mise en œuvre tels que la porosité ou les plissements, tout en prenant en compte la variabilité du défaut et du matériau, et aboutit à des modèles numériques de représentation 2D de la porosité dans un matériau. Cette étude a comme perspective de développer des modèles numériques de représentation 3D de la porosité et d'étudier le comportement en fatigue pour d'autres cas de chargement qui solliciteraient davantage la matrice.

Comportement mécano-fiabiliste de structures composites – Approche matériaux

RESUME :

L'usage de matériaux composites est en plein essor dans le monde de l'industrie, particulièrement dans des domaines comme l'aéronautique, les transports ou la production d'énergie et ce développement amène une forte production de structures composites, notamment des pièces de grandes dimensions. La conception de ces structures en composite nécessite une connaissance approfondie du comportement mécanique du composite afin de garantir l'intégrité de la structure. Or le comportement mécanique des matériaux composites est de nature hétérogène avec une certaine variabilité sur les différents paramètres mécaniques. Cette variabilité est causée par deux principales sources : la variabilité intrinsèque au matériau due à des variations physiques au sein du composite, et la variabilité due aux défauts de mise en œuvre. La thèse, qui est présentée, s'intéresse à cette deuxième source de variabilité, à savoir la présence de défauts de mise en œuvre et son influence sur le comportement mécanique du composite. Deux défauts de mise en œuvre sont étudiés dans cette thèse, la porosité et le plissement, en suivant une analyse probabiliste. La première partie de l'étude rassemble l'ensemble de l'état de l'art sur les défauts de porosité et de plissement, ainsi que sur les analyses probabilistes dans le domaine des composites. Une deuxième partie de l'étude se consacre à la caractérisation probabiliste des défauts de porosité et de plissement en analysant la variabilité de chaque paramètre caractéristique du défaut et en la modélisant à l'aide de loi de distribution qui sont implémentées dans un code de calcul afin de modéliser numériquement la porosité observée expérimentalement. Une troisième partie de l'étude s'intéresse à l'influence des défauts de porosité et de plissement sur le comportement mécanique en quasi-statique et en fatigue. Cette étude mécanique compare les résultats d'essais expérimentaux sur un matériau sain, deux matériaux avec deux taux de porosité différents et sur deux matériaux avec un plissement de dimensions différentes, afin de pouvoir quantifier l'influence des défauts et déterminer un modèle de dégradation des propriétés mécaniques en fonction du défaut. L'étude mécanique en quasi-statique est complétée par une analyse de la variance afin de bien séparer la variabilité des propriétés mécaniques due aux défauts et celle due directement à l'essai lui-même. L'ensemble des résultats de cette étude permet donc d'identifier les deux types de défauts avec un ensemble de paramètres caractéristiques, ainsi que leur influence sur le comportement mécanique, tout en prenant en compte la variabilité observée sur les défauts et leur influence mécanique, et de modéliser numériquement l'ensemble de ces observations.

Mots Clés : Défauts, Porosité, Plissement, Variabilité, caractérisation statistique

Mechanical reliability behavior of composite structures – materials approach

ABSTRACT :

The use of composite materials increases in the world of industry, particularly in sectors such as aeronautics, transport or energy production and this development leads to a strong production of composite structures, including large dimensions. The design of these composite structures requires a thorough knowledge of the mechanical behavior of the composite to ensure the integrity of the structure. However, the mechanical behavior of composite materials is heterogeneous in nature with a certain variability on the different mechanical parameters. This variability is caused by two main sources: the intrinsic variability of the material due to physical variations within the composite, and the variability due to defects in implementation. The thesis, which is presented, focuses on this second source of variability, namely the presence of implementation defects and its influence on the mechanical behavior of the composite. Two defects of implementation are studied in this thesis, porosity and wrinkle, following a probabilistic analysis. The first part of the study brings together all the state of the art on porosity and wrinkle defects, as well as on probabilistic analyzes in the field of composites. A second part of the study is devoted to the probabilistic characterization of porosity and wrinkle defects by analyzing the variability of each characteristic parameter of the defect and modeling it using a distribution law that are implemented in a calculation code to numerically model the experimentally observed porosity. A third part of the study focuses on the influence of porosity and wrinkle defects on quasi-static and fatigue mechanical behavior. This mechanical study compares the results of experimental tests on a healthy material, two materials with two different porosity states and two materials with a wrinkle of different dimensions, in order to be able to quantify the influence of the defect and to determine a model of degradation of mechanical properties according to the defect. The quasi-static mechanical study is supplemented by an analysis of the variance in order to separate the variability of the mechanical properties due to the defect and that due directly to the test itself. All the results of this study thus make it possible to identify the two types of defects with a set of characteristic parameters, as well as their influence on the mechanical behavior, while taking into account the variability observed on the defects and their mechanical influence, and to model numerically all these observations.

Keywords : Defects, Porosity, Wrinkle, Variability, Statistical Characterisation